

# СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

Введение

## Квалификация (степень) выпускника магистр

Виды занятий	Объём занятий, час				Заочная форма обучения
	всего	семес тр	семест р	8 семест р	
Лекции	18			18	
Практические (семинарские) занятия	-			-	
в том числе интерактивные формы обучения	-			-	
Лабораторные работы	38			38	
в том числе интерактивные формы обучения	18			18	
Самостоятельная работа	52			52	
Домашние задания					
Промежуточный контроль					
Курсовой (ая) проект/работа	36			36	
Итоговый контроль:	экзамен			экзамен	
Итого:	144			144	

## *ВОПРОСЫ К АТТЕСТАЦИОННОМУ МЕРОПРИЯТИЮ ПО ДИСЦИПЛИНЕ*

- 1. Методы разделения и концентрирования в системе методов аналитической химии. Классификация и общая характеристика методов разделения и концентрирования.
- 2. Сочетание методов разделения и концентрирования с методами определения. Комбинированные и гибридные методы.
- 3. Основные понятия. Виды и способы концентрирования.
- 4. Количественные характеристики разделения и концентрирования.
- 5. Сорбция. Виды сорбции. Особенности сорбционных методов разделения и концентрирования. Адсорбция в системе газ – твердое тело, жидкость – твердое тело. Изотерма адсорбции. Уравнение Фрейндлиха. Теория мономолекулярной адсорбции. Уравнение Ленгмюра. Уравнение Генри.
- 6. Осаждение и соосаждение как методы разделения и концентрирования. Требования к коллекторам.
- 7. Хроматографические методы. Идентификация по времени удерживания, удерживаемому объему. Индексы удерживания Ковача.
- 8. Нехроматографические методы. Хромато-масс-спектрометрия. Теоретические основы.
- 9. Способы ионизации молекул в хромато-масс-спектрометрии. Метод электродного удара. Химическая ионизация.
- 10. Экстракция как метод разделения и концентрирования. Равновесие экстракции. Закон распределения в экстракции. Количественные характеристики в экстракции: константа распределения, коэффициент распределения, степень извлечения. Типы экстракционных систем.
- 11. Электрохимические методы разделения и концентрирования. Основы варианта. Характеристика и применение в анализе. Капиллярный электрофорез. Количественные характеристики метода. Электродиализ. Электроосмос. Электродиффузия. Электрофорез (электрохроматография)
- 12. Общая характеристика дистилляционных методов разделения и концентрирования. Количественные характеристики. Области применения. Отгонка после химических превращений. Особенности метода. Применение в анализе
- 13. Кристаллизационные методы разделения и концентрирования. Управляемая кристаллизация и зонная плавка. Пробирная плавка. Характеристика и области применения метода.
- 14. Методы, основанные на индуцированном переходе из одной фазы в другую через разделяющую их третью фазу (мембранные методы)
- 15. Флотация. Типы флотационного концентрирования: флотация после соосаждения, ионная флотация.

- УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ
- а) базовый учебник (выделить жирным шрифтом)
- **Москвин, Леонид Николаевич. Методы разделения и концентрирования в аналитической химии [Текст] : учеб. для студентов химико-технологических фак. / Л. Н. Москвин, О. В. Родинков. - 2-е изд. - Долгопрудный : Интеллект, 2012. - 348 с.**
- б) основная литература:
- Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Текст] : в 2 т. : учеб. для студентов вузов, обучающихся по химико-технолог. направлениям / [Н. В. Алов и др.] ; под ред. А. А. Ищенко. - Москва : Академия, 2012. - Т. 2. - 2012. – 411с.
- Валова, Валентина Дмитриевна. Физико-химические методы анализа [Текст] : практикум / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. - Москва : Дашков и К, 2012. - 221 с.

## **Лекция 1.**

**Разделение и концентрирование в химическом анализе. Роль методов разделения и концентрирования в аналитической химии, влияние на метрологические характеристики методик анализа и их эффективность. Концентрирование как частный случай разделения. Общность и различие целей. Единство физико-химических основ методов разделения и концентрирования. Объекты, при анализе которых используют методы разделения и концентрирования: природные и промышленные материалы, вещества высокой степени чистоты, объекты органического происхождения. Классификация методов разделения и концентрирования. Количественные характеристики процесса разделения и концентрирования**

# Место и роль методов концентрирования и разделения в анализе

- Все существующие методы, связанные каким-либо образом с анализом, в соответствии с целевым назначением разделяют на следующие группы:
- методы пробоотбора, которые обеспечивают получение представительной пробы определенного размера (массы, объема) и состава;
- методы опробывания, позволяющие провести предварительную (измельчение и сокращения до необходимого размера) и окончательную (разложение (вскрытие), разделение и концентрирование, перевод определяемого компонента в аналитически активную форму подготовку) подготовку пробы к анализу;
- методы анализа (обнаружение, идентификация и определение);
- методы обработки результатов и оперативной проверки точностных характеристик, известные также как методы статистической обработки результатов измерений.

- Существуют методы, сочетающие в себе опробывание и определение одновременно. Их часто называют гибридными методами. Эти методы находятся как бы на стыке обеих указанных групп методов.
- Обширные экспериментальные результаты последних лет по методам концентрирования и разделения обобщены и представлены в монографиях Ю.А. Золотова, Н.М. Кузьмина, Москвина Л.Н., Царициной Л.Г., Мицуике А. Как следует из этих работ, и для разделения и для концентрирования обычно используют одни и те же методы

- Наиболее распространенными из них являются:
- 1 Экстракция (включая экстракционную хроматографию).
- 2 Сорбционные методы (сорбция, ионообменная и хелатная хроматография).
- 3 Осаждение и соосаждение.
- 4 Электрохимические методы.
- 5 Мембранные методы.
- 6 Физические и физико-химические методы.
- 7 Флотация.
- Кроме ценности как составной части комбинированных методов, современные методы концентрирования и разделения (МРиК) имеют и самостоятельное значение как препаративные. Они обеспечивают получение многих веществ необходимой чистоты и формы активного компонента, которые используются для приготовления стандартных веществ (растворов) и образцов сравнения. Не всегда же возможно воспользоваться готовыми образцами или какими-либо компонентами. Решение препаративных проблем при их использовании проводится практически теми же путями, что и в технологии.

# Для чего нужны методы концентрирования и разделения?

- Мешающее влияние сопутствующих компонентов может проявляться также в изменении состояния и поведения определяемого компонента, потери им «индивидуальных свойств», присущих только ему, например, вследствие образования соединения нестехиометрического состава или легко удаляющегося в газообразном или трудно растворимом виде из анализируемой смеси. Устранив влияние мешающих компонентов, можно с помощью неселективных методов проводить селективное определение.

# Для чего нужны методы концентрирования и разделения?

- Часто бывает, что имеющийся селективный метод определения невозможно, трудно или даже нежелательно использовать. Это может быть связано с тем, что:
  - - концентрация определяемых компонентов ниже относительного предела обнаружения метода;
  - - определяемый компонент неоднородно распределен в пробе;
  - - отсутствует адекватный по составу и форме анализируемого компонента стандартный образец для градуировки прибора. Особенно сильно это сказывается при анализе сложных многокомпонентных объектов или веществ высокой чистоты, содержащих определяемый компонент на уровне «следов» ( $10^{-6}$ - $10^{-12}$  г/г);
  - - физическое состояние пробы не позволяет использовать ее в приборе и т.д.

# Для чего нужны методы концентрирования и разделения?

- Имеется еще ряд причин, делающих применение МРиК желательным и даже необходимым.
  1. Их использование обеспечивает надежную представительность пробы и минимизируют погрешность пробоотбора.
  2. На стадии концентрирования и разделения удобно вводить внутренние стандарты и известные количества специальных компонентов, если количественный анализ осуществляется способом добавок

# Для чего нужны методы концентрирования и разделения?

- Пробоподготовка анализируемого образца, включающая разложение, концентрирование, разделение и выделение, позволяет нивелировать погрешности и тем самым расширить возможности методов определения. В целом она позволяет подстроить пробу к прибору-анализатору, выделить и усилить аналитический сигнал, обеспечить его правильное и достоверное регистрирование, упростить градуировку при минимальном ассортименте образцов сравнения. Классическим примером подтверждения сказанного является пробирная плавка, позволяющая провести количественное выделение и концентрирование благородных металлов при неоднородном и малом их содержании в руде.

# Недостатки

1. Они усложняют и увеличивают время анализа,
2. делают возможным как потери, так и загрязнение определяемым или мешающим компонентом,
3. могут ухудшать метрологические характеристики,
4. приводят к дополнительным операциям и повышенному расходу реактивов.

Разумное применение МКиР устраняет или минимизирует данные недостатки.

## **Использование МРиК совместно с некоторыми методами определения иногда приводит к созданию методов анализа уникальных по своим возможностям и характеристикам.**

- Результаты таких методов нельзя получить при непосредственных прямых измерениях. Примерами таких методов является
- хромато-масс-спектрометрия;
- капиллярная газовая хроматография в сочетании с ИК-спектроскопией;
- хроматомембранный метод, реализующий достоинства парофазного анализа и мембранного концентрирования.
- Сочетание инверсионной вольтамперометрии с хроматографией и ионным обменом делает возможным «speciation analysis», т.е. определять наряду с общим содержанием и отдельные формы существования металлов в водах.

## Общие представления. Основные понятия и положения. Виды концентрирования:

- *Разделение* – процесс (операция), при проведении которого из исходной смеси веществ получается несколько фракций ее компонентов в индивидуальном виде или в виде смесей с новым качественным, а часто, и количественным составом. В результате его проведения компоненты смеси отделяются друг от друга с определенной эффективностью. При разделении гомогенных смесей получают фракции, различающиеся по изотопному, атомарному, ионному, молекулярному и структурному составу компонентов. Из гетерогенных смесей получают фракции частиц, отличающиеся агрегатным состоянием, фазовым составом и степенью дисперсности.

- *Концентрирование* - процесс (операция) повышения содержания определяемого вещества или группы веществ по отношению к матрице или матричным компонентам. Оно является частным случаем разделения, в их основе лежат тождественные физико-химические принципы.

- Виды концентрирования
- По характеру изменения концентрации или соотношения между компонентами различают абсолютное и относительное концентрирование.
- По числу концентрируемых компонентов концентрирование бывает индивидуальное и групповое.
- По техническому выполнению (способу осуществления) процесс концентрирования может быть и периодическим и непрерывным
- Концентрирования достигают удалением матрицы или выделением нужного компонента, одно- и многоступенчатым.

- Рассматривая методы концентрирования и разделения, следует иметь в виду, что не существует какого-то одного метода, позволяющего разрешить все проблемы без относительно природы объекта анализа, можно лишь говорить о большей, или меньшей эффективности и применимости каждого из них. Предпочтение отдается простым методам. Сочетание нескольких из них не менее эффективно, чем применение одного сложного метода. Обычно пользуются простым методом, если он обеспечивает 30-40-кратное концентрирование.

- Методы концентрирования, используемые в органическом анализе, отличаются рядом особенностей. Прежде всего, эти методы не должны разрушать определяемые соединения, особенно если они присутствуют в малых количествах или, по крайней мере, позволять контролировать протекающие с ними превращения. Весьма часто это чрезвычайно трудно или даже практически невозможно. Обычно такая ситуация встречается при определении продуктов ассоциации или диссоциации, конформеров и изомеров и т.д. Контроль за протекающими изменениями осложняется случайным воздействием, вызывающим изменения природы и содержания.
- В какой-то мере указанные недостатки удастся устранить, ускоряя пробоподготовку. Этого добиваются, если используют высокоактивные агенты, высокие температуры и давления, катализ, воздействуют различными полями.

# Основные количественные характеристики

- *степень выделения или извлечения и соответствующие коэффициенты – концентрирования и разделения.*
- *Степень выделения или извлечения  $R_i$  - это доля абсолютного количества вещества , содержащегося в извлекающей фазе-концентрате, по отношению к количеству этого вещества в исходной пробе .*

$$R_i = \frac{Q_{\text{конц}}}{Q_{\text{исх}}} \cdot 100\%$$

- Обычно степень выделения меньше 100%, Это обусловлено потерями вещества вследствие неполноты извлечения, сорбции на стенках посуды, механических потерь и т.д. Как правило, при работе с низкими концентрациями вероятность и опасность потерь возрастает. Если степень извлечения больше 100%, то это указывает на большую вероятность загрязнения пробы. При прочих равных условиях степень извлечения зависит от концентрации и состояния извлекаемого вещества. Обычно с уменьшением концентрации и переходом вещества в мало извлекаемую форму она уменьшается. В неорганическом анализе 90-95%-ное извлечение принято считать удовлетворительным, в органическом анализе допустима меньшая величина. Знание степени извлечения ( $R < 100\%$ ), позволяет провести коррекцию результатов анализа. Для этого полученный результат анализа делят на ее величину. Например, если ее значение равно 92%, то результат анализа делят на 0,92.

- Коэффициент концентрирования (обогащения)  $K_{кон}$  показывает, во сколько раз изменяется отношение абсолютных количеств  $q$  выделяемого (i) и отделяемого (j) веществ в концентрате (кон) по сравнению с этим же отношением в исходной смеси (исх). Значение этого коэффициента рассчитывают по следующей формуле:

$$K_{конц} = \frac{(q_{iкон} / q_{jкон})}{(q_{iисх} / q_{jисх})} \cdot 100\%.$$

- Необходимая величина указанного коэффициента определяется концентрацией вещества в пробе и рабочим интервалом определяемых концентраций ( $C_H - C_B$ ). Чем меньше концентрация вещества в пробе и выше ( $C_H - C_B$ ), тем больше должна быть эта величина. При анализе следовых количеств веществ часто требуется, чтобы его величина была  $\geq 10^5$ . Обычно бывает достаточно, если его величина составляет  $10^2-10^3$ . Многоступенчатые методы с малыми потерями, как, например, хроматография, позволяют достичь необходимых значений.

- Рассмотренные характеристики связаны между собой выражением

$$K_{\text{конц}} = \frac{R_i}{R_j}$$

- Коэффициент разделения – отношение количеств разделяемых компонентов в исходной пробе и концентрате друг к другу

$$S = \frac{(q_i)_{\text{исх}} / (q_j)_{\text{конц}}}{(q_j)_{\text{исх}} / (q_i)_{\text{конц}}} = \frac{(q_j)_{\text{конц}}}{(q_i)_{\text{исх}}} \cdot \frac{(q_i)_{\text{исх}}}{(q_j)_{\text{конц}}} = \frac{1}{K_{\text{конц}}}$$

- Это величина, обратная коэффициенту концентрирования, равна отношению коэффициентов распределения в концентрате и исходной смеси.
- $$S = (K_{d j/i})_{\text{конц}} / (K_{d j/i})_{\text{исх}}$$
- Методы разделения и концентрирования веществ чрезвычайно многочисленны и разнообразны. Одни из них больше пригодны для разделения (плоскостная хроматография), а другие – преимущественно для концентрирования (пробирная плавка). Большинство же применимо как для разделения, так и для концентрирования.

- В зависимости от характера макроскопической однородности исходной смеси все МКиР подразделяются на методы, предназначенные для гетерогенных и гомогенных смесей

## Методы разделения гетерогенных смесей

- В этих методах используется различие в физических свойствах компонентов смесей – плотности, вязкости, размерах, форме, заряде и массе, поведении в полях и средах различной природы. К этой группе методов относятся дистилляция, фильтрация, гель-фильтрация, седиментация, центрифугирование, флотация, просеивание, разделение в жидкостях различной плотности, магнитная сепарация и т.п.
- Методы малоселективны, они не позволяют разделить смеси на индивидуальные компоненты. *С их помощью получают только фракции, различающиеся по агрегатному состоянию, фазовому составу и степени дисперсности.* Из них, как правило, наиболее эффективны те, которые обеспечивают разделение на фракции, отличающиеся по агрегатному состоянию.

- Методы, основанные на различиях в дисперсности и плотности, позволяют получить только обогащенные фракции. Эти методы обычно используют на стадиях предварительной подготовки проб и выделения конечных продуктов; они, как правило, играют вспомогательную роль.
- Из перечисленных методов наиболее широкое применение в анализе находят фильтрация, седиментация и центрифугирование. Особое место занимает флотация. Указанные методы также широко используют для изучения свойств различных дисперсных смесей, они лежат в основе методов под общим названием *седиментационный анализ*.

- Для веществ в твердом агрегатном состоянии (частицы с диаметром  $> 0,5$  мкм) можно выделить следующие методы концентрирования и разделения ручной отбор под микроскопом, просеивание, магнитная сепарация, разделение в тяжелых жидкостях, флотация, частичная (фракционная) сублимация и газовая экстракция. При отделении составных компонентов веществ в твердом агрегатном состоянии в качестве методов концентрирования и разделения можно выделить следующие селективное растворение, электролитическое растворение, возгонка, вакуумная экстракция, сухое озоление, зонная плавка, пробирная плавка

- Для грубодисперсных растворов может быть применена фильтрация, центрифугирование, флотация.
- Для истинных растворов – осаждение, электроосаждение, кристаллизация, адсорбция, разделение на молекулярных ситах, ионный обмен, экстракция, испарение, флотация, электрофорез, диализ, ультрафильтрация, ультрацентрифугирование.
- Для газовых систем (частицы с диаметром  $> 0,5$  мкм) можно выделить следующие методы концентрирования и разделения: фильтрация, динамический удар, седиментация, центрифугирование, термическое осаждение.
- Для разделения на составные компоненты в газовых системах могут быть применены адсорбция, абсорбция, конденсация, разделение на основе различной проницаемости газов.

- *Фильтрация (фильтрование)* – процесс движения через пористую перегородку (среду) жидкости или газа, сопровождающееся отложением или осаждением на ней взвешанных твердых частиц. Прошедшую через пористую перегородку жидкость или газ называют фильтратом. Фильтрация позволяет провести концентрирование или разделение компонентов суспензий, т.е. соответственно повысить концентрацию и отделить твердые частицы за счет частичного или полного удаления жидкости. Ее также используют для осветления – очистки от небольших количеств тонких взвесей. С ее помощью проводят концентрирование твердых частиц из газовых сред – воздуха, сред промышленных предприятий

- *Ультрафильтрация* позволяет отделить коллоидные частицы, бактерии, молекулы полимерных частиц, пропуская суспензии или аэрозоли через полупроницаемую перегородку с размером пор от 1 мкм до размеров молекул. Движущей силой процесса в ультрафильтрации является разность давлений по обе стороны мембраны. Этот вид фильтрации применяют преимущественно при проведении медико-биологических исследований.
- Наиболее простое фильтрование происходит, когда протекание жидкости через фильтр обусловлено только гидростатическим давлением фильтруемой смеси. Скорость фильтрования повышается при наличии градиента давления. Эта зависимость описывается как  $v = K \Delta P$ , где  $K$  – эмпирический коэффициент;  $\Delta P$  – градиент давления (напора).

- *Седиментация* – расслоение дисперсных систем под действием силы тяжести с отделением взвешанной фазы в виде осадка, «сливок» и т.д. Простейшим примером ее является оседание взвешанных в жидкости или газе твердых частиц при стоянии. Скорость оседания определяется физическими свойствами частиц и дисперсной среды. Эта скорость для частиц, близких по форме к сферической, подчиняется уравнению Стокса

$$v = \frac{2r^2(D - D_{cp})g}{9\eta},$$

- где  $r$ -радиус частиц,  $\rho$  и  $\rho_{cp}$  - плотность материала частиц и дисперсной среды,  $\eta$ -вязкость среды,  $g$ -ускорение силы тяжести.

- *Центрифугирование* – разделение в поле центробежных сил (в лаборатории с ускорением до 1 000 000 g), возникающих при вращении ротора центрифуги; при этом твердые частицы отбрасываются на стенки патрона в соответствии со своей массой и размерами. Центрифуги действуют по принципу отстаивания или фильтрации. Скорость осаждения при прочих равных условиях определяется разностью плотностей жидкой и твердой фаз, вязкостью жидкой фазы, угловой скоростью вращения, расстоянием от оси вращения ротора до частицы. Применение центрифуг эффективно при фракционировании дисперсной фазы и отделения образующихся фракций от дисперсной среды, промывки частиц, удаления осадков, фильтрования и т.п. Фактор разделения может достигать  $(1\div 5)\cdot 10^6$ .

- *Флотация* - выделение и разделение твердых частиц из суспензий, основанное на различии их смачиваемости. Флотируемые вещества обладают гидрофобными свойствами. Для этого водную суспензию обрабатывают реагентами-собирателями. Эти реагенты сорбируются на поверхности частиц извлекаемого компонента, понижая их смачиваемость. Пропускают воздух в виде мелких пузырьков. К ним прилипают образовавшиеся гидрофобные частицы. При этом образующиеся агрегаты имеют плотность ниже плотности раствора и в результате выносятся наверх (флотируются).

- Для удержания флотируемых осадков на поверхности раствора в систему добавляют поверхностно-активные вещества, образующие стабильный слой пены. Для предотвращения выноса нежелательных веществ вводят реагенты-подавители (депрессоры), гидрофилизирующие поверхность этих частиц.
- Как следствие, эти вещества не флотируются, а оседают на дне.
- В результате – на поверхности устойчивый слой пены, обогащенный флотируемым компонентом. Продукты флотации после их отделения специальными пробоотборниками подвергают анализу или используют для специальных целей. Концентрирование флотацией широко используют при анализе вод и веществ различной природы, содержащих микропримеси на уровне  $10^{-9}$ - $10^{-6}$  г/л и г/г соответственно. При этом достигаются значения коэффициента концентрирования, равные  $10n$ - $100n$ .

- Флотация позволяет провести групповое концентрирование тяжелых металлов в воде в самых различных формах, в том числе, адсорбированные или окклюдированные суспендированными частицами, связанные в комплексные соединения гуминовыми кислотами, находящиеся в коллоидном состоянии, и ионов. Их флотируют, используя в качестве коллекторов гидроксиды металлов (Al, Fe, In, Bi), некоторые органические соединения и т.п.
- Флотацию микрокомпонентов проводят в специальных ячейках, которые обеспечивают введение и диспергирование воздуха во взвеси, ее перемешивание и поддержание флотируемых частиц во взвешенном состоянии, эффективное отделение пульпы от пены, отвод пены и выделение из нее целевого продукта и его транспортировку.
- Концентрирование микрокомпонентов флотацией более удобно, быстро и менее трудоемко, чем методы осаждения и соосаждения.

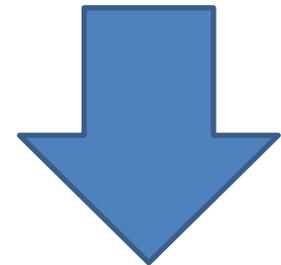
## Методы разделения гомогенных смесей

- Носителями индивидуальных химических свойств являются атомы, молекулы или ионы. Только после перевода вещества до уровня данных частиц можно использовать их индивидуальные свойства для разделения. Диспергирование до данного уровня происходит в гомогенных средах – жидких или газообразных. *Методы разделения в таких системах основываются на различиях в химических и физико-химических свойствах, например в растворимости, сорбируемости, летучести, электрохимическом поведении, подвижности и т.д.* **К этой группе методов относятся отгонка после химических превращений, осаждение и соосаждение, пробирная плавка, жидкостная экстракция, ионный обмен, сорбция, флотация, химические транспортные реакции, неполное растворение матрицы, электрохимические методы (электролиз, электродиализ, электрофорез, инверсионная вольтамперометрия) и многие другие.**

- Методы разделения гомогенных смесей
- Носителями индивидуальных химических свойств являются атомы, молекулы или ионы. Только после перевода вещества до уровня данных частиц можно использовать их индивидуальные свойства для разделения. Диспергирование до данного уровня происходит в гомогенных средах – жидких или газообразных. *Методы разделения в таких системах основываются на различиях в химических и физико-химических свойствах, например в растворимости, сорбируемости, летучести, электрохимическом поведении, подвижности и т.д. К этой группе методов относятся отгонка после химических превращений, осаждение и соосаждение, пробирная плавка, жидкостная экстракция, ионный обмен, сорбция, флотация, химические транспортные реакции, неполное растворение матрицы, электрохимические методы (электролиз, электродиализ, электрофорез, инверсионная вольтамперометрия) и многие другие.*

- Методы, основанные на образовании новой фазы
- К этой группе методов относятся методы, при реализации которых происходит образование новой фазы. Она включает осаждение и кристаллизацию, вымораживание (твердая фаза); отгонку, упаривание, дистилляцию и ректификацию (газ); вымораживание и селективное растворение (жидкость). Твердая фаза выделяется из жидкой и газообразной, газообразная – из жидкой и твердой, жидкая – газовой и твердой смеси.
- Применимость и важность, входящих в эту группу методов, различна.

Таблица



# Методы разделения, основанные на образовании выделяемым компонентом новой фазы

МКиР, если выделяющаяся фаза	Агрегатное состояние исходной смеси веществ (фазы)		
	Твердое тело	Газ	Жидкость
Жидкость	Осаждение, кристаллизация, вымораживание	Отгонка, упаривание, дистилляция, ректификация	-
Газ	Вымораживание	-	Вымораживание
Твердое тело	-	Возгонка, отгонка в парах реагента	Селективное растворение

- Наибольшее практическое применение находят методы выделения из растворов в виде твердой и газообразной фазы – осаждение, кристаллизация, отгонка и дистилляция.
- Методы испарения (простая отгонка, вакуум-отгонка, отгонка в потоке водяного пара или инертного газа, молекулярная дистилляция, отгонка с химическим превращением) находят широкое применение при концентрировании органических соединений.
- Процессы вымораживания из жидкой и газовой фазы, также как селективное растворение твердой смеси, применяют значительно реже и узконаправленно.

- По природе используемого процесса разделения осаждение, реакционная отгонка и селективное растворение относятся к химическим методам, а кристаллизация, вымораживание, отгонка, упаривание, дистилляция, ректификация – физическим методам, в основе которых лежат фазовые переходы вследствие изменения температуры.

- Контрольные вопросы
- 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.
- 4. Терминология и количественные характеристики методов концентрирования и разделения.

- Контрольные задачи
- 1. К 100 мл раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-3}$  моль/л  $\text{Cu}^{2+}$ , 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.
- 2. К 100 мл раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/л  $\text{Ni}^{2+}$ , добавили 10 мл раствора 8 – оксихинолина в  $\text{CCl}_4$ , 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.