

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО СВЯЗИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ТЕЛЕКОММУНИКАЦИЙ ИМ. ПРОФ. М.А. БОНЧ-БРУЕВИЧА» (СПбГУТ)

Кафедра экологической безопасности телекоммуникаций

**ПРАКТИЧЕСКИЕ ЗАНЯТИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
«ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»**

Направление подготовки 05.03.06 Экология и природопользование

Разработчик: доцент, к.т.н, Манвелова Н.Е.

**Санкт-Петербург
2020**

ТЕМА 1-3: « КАЧЕСТВЕННЫЙ ДРОБНЫЙ И СИСТЕМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗЫ »

Практические задания

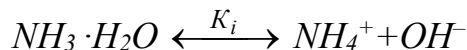
- Вычислить объем V соляной кислоты (плотность $d=1,19$ г/см³), который нужно взять для приготовления 500,0 мл 0,5000 N раствора.
 - $V_{\text{HCl}}=7,67$ мл;
 - $V_{\text{HCl}}=9,25$ мл.
- Растворимость S сульфата кальция CaSO_4 равна 1 г/дм³. Этот насыщенный раствор смешивают с равным объемом оксалата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, содержащего 0,0248 г соли в 1 л. Вычислить ионное произведение I концентраций оксалата кальция в момент сливания растворов и решить, образуется ли осадок CaC_2O_4 . Произведение растворимости $SP_{\text{CaC}_2\text{O}_4} = 2,3 \cdot 10^{-9}$ (моль/л)².
 - не образуется, т.к. $IP_{\text{CaC}_2\text{O}_4} = 5,34 \cdot 10^{-10}$ (моль/л)²;
 - образуется, т.к. $IP_{\text{CaC}_2\text{O}_4} = 3,68 \cdot 10^{-7}$ (моль/л)².
- Вычислить $[\text{H}^+]$ и pH 0,05 N раствора муравьиной кислоты. $K_i \text{HCOOH} = 1,772 \cdot 10^{-4}$.
 - $[\text{H}^+] = 2,98 \cdot 10^{-3}$ моль/л; pH=2,53;
 - $[\text{H}^+] = 2,51 \cdot 10^{-3}$ моль/л; pH= .
- Как изменится pH раствора при добавлении 10,0 мл 1,0 N раствора соляной кислоты к 1 л ацетатной буферной смеси, состоящей из 0,10 N уксусной кислоты и 1,0 N ацетата натрия. $K_i \text{CH}_3\text{COOH} = 1,754 \cdot 10^{-5}$?
 - $\Delta \text{pH} = 0,05$;
 - $\Delta \text{pH} = 0,07$.

Примеры решения задач

- Вычислить pH 0,25%-ного раствора аммиака. $K_i(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 1,74 \cdot 10^{-5}$.

Решение:

Раствор аммиака в воде является слабым основанием, ионизирующим по уравнению:



$$K_i = \frac{[\text{NH}_4^+] \cdot [\text{OH}^-]}{[\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]}, \text{ откуда } [\text{OH}^-] = [\text{NH}_4^+] = \sqrt{K_i \cdot [\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]}.$$

Пусть объем раствора $V_{\text{р-ра}} = 1$ л, его плотность $d = 1$ г/мл. Тогда в 1 л раствора содержится:

$$\frac{1000 \cdot 0,25}{100} = 2,5 \text{ г NH}_3, \text{ откуда}$$

$$C_{NH_3} = [NH_3 \cdot H_2O] = \frac{2,5}{(14 + 3)} = 0,15 \text{ моль / л.}$$

$$[OH^-] = \sqrt{1,74 \cdot 10^{-5} \cdot 0,15} = 1,60 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л.}$$

$$pOH = -\lg[OH^-] = -\lg(1,60 \cdot 10^{-3}) = 2,80.$$

$$pH = 14,0 - pOH = 14,0 - 2,80 = 11,2.$$

Ответ: pH p-ра $NH_3 = 11,2$.

2. Вычислить произведение растворимости SP $Fe(OH)_3$, если растворимость его в воде $S_{Fe(OH)_3} = 2 \cdot 10^{-3}$ г/дм³.

Решение:

Гидроксид железа (III) ионизирует по уравнению: $Fe(OH)_3 \leftrightarrow Fe^{3+} + 3OH^-$

Выражение произведения растворимости для него:

$$SP_{Fe(OH)_3} = [Fe^{3+}] \cdot [OH^-]^3.$$

Можно показать, что растворимость S и произведение растворимости SP связаны выражением $SP = (n^n \cdot m^m) \cdot S^{(n+m)}$, где n , m - число катионов и анионов соответственно:

$$SP = (1^1 \cdot 3^3) \cdot S^{(1+3)} = 27S^4.$$

В приведенных формулах концентрации должны быть в молях на литр, поэтому:

$$S = 2 \cdot 10^{-8} \text{ г/л} = \frac{2 \cdot 10^{-8} / (M_{Fe(OH)_3})}{1} = \frac{2 \cdot 10^{-8} / 107}{1} = 1,87 \cdot 10^{-10} \text{ моль/л,}$$

$$SP = 27 \cdot (1,87 \cdot 10^{-10})^4 = 3,30 \cdot 10^{-38} \text{ (моль/л)}^4.$$

Ответ: $SP_{Fe(OH)_3} = 3,30 \cdot 10^{-38}$ (моль/л)⁴.

Вопросы

1. Чем химические методы анализа отличаются от инструментальных?
2. В чем заключается условность понятия «степень окисления» атома элемента?
3. Какие аналитические реакции называются «сухими»?
4. На чем основано отнесение иона к той или иной аналитической группе?
5. Какие ионы открывают дробным анализом и при систематическом ходе анализа?
6. В каком виде отделяют амфотерные катионы при кислотнo-щелочной системе?
7. Общие и отличительные реакции галогенид-анионов.
8. Сформулировать закон действующих масс.
9. Чем химическое равновесие отличается от механического?
10. Способы изменения равновесного состояния.
11. Какие проводники относят к электролитам?
12. Как степень ионизации молекул вещества зависит от его

концентрации?

13. Связь общей константы ионизации многоосновной кислоты с константами отдельных ступеней.
14. Как подавить гидролиз соли слабого основания?
15. Расчет pH раствора соли, подвергающейся гидролизу.
16. Основные положения протолитической теории кислот и оснований.
17. Какие смеси обладают буферирующим свойством?
18. Анализ уравнения Henderson-Hasselbalch.
19. Суть буферирующего действия на примере системы $\text{HCOOH} + \text{HCOONa}$.
20. Связь растворимости малорастворимого соединения и его произведения растворимостей.
21. Как нерастворимый в кислотах BaSO_4 перевести в раствор?

Тесты

1. В ионных уравнениях в молекулярном виде записывают следующие вещества:
 - а) соли и основания;
 - б) кислоты и простые вещества;
 - в) газы, простые, малорастворимые, малоионизирующие вещества.
2. Катион никеля Ni^{2+} можно открыть дробным анализом по реакции с:
 - а) гидроксидом натрия;
 - б) диметилглиоксимом;
 - в) избыток водного раствора аммиака.
3. Константа химического равновесия K_e может принимать значения:
 - а) $-\infty < K_e < \infty$;
 - б) $0 < K_e < \infty$;
 - в) $0 \leq K_e \leq \infty$.
4. Показатели pH и pOH водного раствора при температуре 25°C связаны между собой соотношением:
 - а) $\text{pH} + \text{pOH} = 14$
 - б) $(\text{pH}) \cdot (\text{pOH}) = 14$
 - в) $\text{pH} + \text{pOH} = \sqrt{14}$.
5. pH раствора соли, подвергающейся гидролизу по катиону:
 - а) больше 7;
 - б) меньше 7;
 - в) больше 7 или меньше 7 в зависимости от концентрации раствора.
6. Молярность и нормальность раствора численно совпадают, если фактор эквивалентности f равен:
 - а) $f=0$;
 - б) $f=1$;
 - в) $f=-1$

7. Среднеионный коэффициент активности γ_{\pm} можно принять равным 1, если концентрация раствора:

а) $c \rightarrow 0$; б) $c=1$ моль/л; в) $c=0,1$ моль/л.

Тема 4-5 «КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ»

Практические задания

1. Рассчитать массу силикатной породы, содержащей 7% CaO, которая необходима для получения 0,5 г CaSO₄.

Ответ: а) 2,94 г; б) 5,36 г.

2. На титрование навески 0,1560 г х.ч. янтарной кислоты H₂C₄H₄O₄ израсходовано 25,00 мл гидроксида натрия. Вычислить нормальность раствора гидроксида натрия и его титр по соляной кислоте T_{NaOH/HCl}.

а) N_{NaOH} = 0,1058 моль экв/л;

б) T_{NaOH/HCl} = 0,003862 г/мл.

3. Навеску m=0,5000 г известняка растворили в 25,00 мл 0,5100 N раствора соляной кислоты. Избыток кислоты оттитровали 6,5 мл 0,4900 N раствора NaOH. Вычислить массовое процентное содержание карбоната кальция CaCO₃ в известняке.

а) $\omega_{CaCO_3} = 87,3\%$; б) $\omega_{CaCO_3} = 95,7\%$.

4. Из 0,5100 г руды медь после ряда операций была переведена в раствор в виде соли меди (II). При добавлении к этому раствору избытка иодида калия выделился иод, на титрование которого пошло 14,10 мл тиосульфата натрия Na₂S₂O₃·5H₂O с титром по меди T_{TTCu}=0,006500 г/мл. Сколько весовых процентов меди содержит руда?

а) $\omega_{Cu} = 20,05\%$; б) $\omega_{Cu} = 17,97\%$.

Примеры решения задач

1. Вычислить фактор пересчета для определения NH₃, если после осаждения его в виде (NH₄)₂PtCl₆ получена гравиметрическая форма Pt.

Решение

1 моль Pt образуется из 1 моль (NH₄)₂PtCl₆, на образование которого идут 2 моль NH₃. Фактор пересчета равен:

$$F = \frac{2M(NH_3)}{M(Pt)} = \frac{2 \cdot 17}{195} = 0,174.$$

Ответ: F=0,174.

2. Из 1,450 г технического Na₂SO₃ приготовили 200 мл раствора. На титрование 20,0 мл его израсходовали 16,2 мл 0,0124 N раствора йода. Определить процентное содержание Na₂SO₃ в образце.

3.

Решение

Приведен пример прямого титрования с протекающей реакцией



По закону эквивалентов

$$n_{Na_2SO_3} = n_{I_2} = N_{I_2} \cdot V_{I_2} = 0,0124 \cdot 16,2 \cdot 10^{-3} = 2,01 \cdot 10^{-4} \text{ моль.}$$

Это составляет:

$$m_{Na_2SO_3} = n_{Na_2SO_3} \cdot \mathcal{E}_{Na_2SO_3} = n_{Na_2SO_3} \cdot \frac{M_{Na_2SO_3}}{2} = 2,01 \cdot 10^{-4} \frac{126}{2} = 0,0126 \text{ г.}$$

Это масса сульфита в 20 мл раствора, в 200 мл – $m_{Na_2SO_3} = 0,126 \text{ г}$

Процентное содержание

$$\omega_{Na_2SO_3} = \text{вес}\% = \frac{m}{m_{\text{мех}}} \cdot 100\% = \frac{0,126}{1,450} \cdot 100\% = 8,69\% .$$

Ответ: $\omega_{Na_2SO_3} = 8,69\%$

Вопросы

1. Сущность гравиметрического анализа.
2. Как достигается полнота осаждения осаждаемой формы?
3. Требования к гравиметрической форме в весовом анализе.
4. Методы объемного анализа по типам используемых реакций.
5. Требования к веществам для титрованных растворов.
6. Какие кислотно-основные индикаторы вы знаете?
7. От чего зависит внешний вид кривой титрования?
8. Что отражено в термине перманганатометрия?
9. Как используют заместительное титрование в йодометрии?
10. Какие вещества называют комплексонами?

Тесты

1. При определении кальция его целесообразно осаждают в виде:
 - а) $CaSO_4$;
 - б) $CaCO_3$;
 - в) CaC_2O_4 .
2. Потери при промывке осадка $Fe(OH)_3$ будут наименьшими при использовании:
 - а) водного раствора NH_3 ;
 - б) дистиллированной H_2O ;
 - в) растворы NH_4NO_3 .
3. Индикаторы в титриметрии используют для:
 - а) ускорения реакции;
 - б) определения момента установления состояния эквивалентности;
 - в) получения окрашенного раствора.
4. Расчет массы определяемого вещества m_k ведут по титру титранта по этому веществу $T_{i/k}$ и объему титранта V_i по формуле:
 - а) $m_k = T_{i/k} \cdot V_i$;
 - б) $m_k = \frac{T_{i/k}}{V_i}$;

$$в) m_k = \frac{V_i}{T_{i/k}}$$

Тема 6,7 «ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

Практические задания

1. Три повторных анализа образца дали среднее значение содержания хлорида $\bar{x}=72,10\%$ и стандартное отклонение единичного определения $S=0,40\%$. Определить доверительный интервал, в котором могут находиться результаты значений отдельного определения при доверительной вероятности $P=0,95$.

а) $71,11 < x_0 < 73,09$.

б) $71,36 < x_0 < 72,84$.

2. Вычислить силу тока в ячейке, содержащей 0,1 N раствор хлорида калия с электродами площадью по 4 см² и расстоянием между ними 0,5 см, если прикладываемое напряжение составляет 400 мВ, а удельная электропроводимость $\kappa_{KCl}=1,167 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$.

а) $I=42,5 \text{ A}$.

б) $I=37,3 \text{ mA}$.

3. При кондуктометрическом титровании 50 мл соляной кислоты 1 N раствором гидроксида калия получили следующие результаты:

Объем 1 N раствора KOH, V, мл	3,2	6,0	9,2	15,6	20,0
23,5					
Уд-я электропроводимость, κ , Ом ⁻¹ ·см ⁻¹	3,20	2,50	1,85	1,65	2,35
2,95					

Построить кривую титрования и вычислить нормальность HCl.

а) $c_{HCl}=0,25 \text{ N}$.

б) $c_{HCl}=1,25 \text{ N}$.

4. Рассчитать концентрацию Cu^{2+} в растворе, если при 25° C потенциал медного электрода $\varphi_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^0} = 0,337 \text{ В}$.

а) 0,0117 моль/л.

б) 0,0234 моль/л.

5. Построить кривую потенциометрического титрования в координатах φ -V. Рассчитать концентрацию CaCl_2 в растворе (г/л), если при титровании 20,0 мл анализируемого раствора 0,0500 N раствором $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ получили:

$V_{\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2}$, мл	10,0	15,0	17,0	17,5	17,9	18,0	18,1	18,5	19,0
φ , мВ	382	411	442	457	498	613	679	700	709

а) 2,50 г/л.

б) 3,50 г/л.

Примеры решения задач

1. По паспорту содержание компонента 2,12%. При четырех измерениях получены значения: 2,09%, 2,16%, 2,18%, 2,19%. При доверительной вероятности $P=95\%$ определить, имеется ли систематическая ошибка анализа.

Решение

- 1) Находим среднее арифметическое

$$\bar{x} = \frac{2,09 + 2,16 + 2,18 + 2,19}{4} = 2,16.$$

- 2) Стандартное отклонение S единичного определения

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{(2,09 - 2,16)^2 + (2,16 - 2,16)^2 + (2,18 - 2,16)^2 + (2,19 - 2,16)^2}{4-1}} = 0,046\%$$

- 3) Стандартное отклонение среднего арифметического

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{0,046}{\sqrt{4}} = 0,023\%.$$

- 4) По таблице для $P=0,95$ и $f=n-1=3$ находим критерий Стьюдента

$$t_{0,95;3} = 3,18.$$

Тогда границы доверительного интервала:

$$\begin{aligned} \bar{x} - t_{P,f} \cdot S_{\bar{x}} < x_0 < \bar{x} + t_{P,f} \cdot S_{\bar{x}} \\ 2,16 - 3,18 \cdot 0,023 < x_0 < 2,16 + 3,18 \cdot 0,023 \quad \text{или} \\ 2,09 < x_0 < 2,23 \quad \text{или} \\ x_0 = 2,16 \pm 0,07. \end{aligned}$$

Ответ: Так как истинное значение $x_0=2,12\%$ входит в доверительный интервал, систематических погрешностей нет.

- 5) Рассчитать удельную α и эквивалентную λ электропроводности 1М раствора KCl, если сопротивление ячейки $R=7,35$ Ом. Площадь электродов $S=2$ см², расстояние между ними $l=15$ мм.

Решение

Применим закон Ома

$$R = \frac{l}{\alpha \cdot S}.$$

Следовательно, используя единицы SI, получим

$$\alpha = \frac{l}{S \cdot R} = \frac{15 \cdot 10^{-3}}{2 \cdot 10^{-4}} = 10,2 \text{ См} \cdot \text{м}^{-1},$$

$$\lambda = \frac{\alpha}{c} = \frac{10,2}{1,00 \cdot 10^3} = 10,2 \cdot 10^{-3} = 0,0102 \text{ См} \cdot \text{м}^2 \cdot \text{моль}^{-1} = 102 \text{ См} \cdot \text{см}^2 \cdot \text{моль}^{-1}$$

Ответ: $\alpha_{\text{KCl}}=10,2 \text{ См} \cdot \text{м}^{-1}$, $\lambda_{\text{KCl}}=102 \text{ См} \cdot \text{м}^{-1}$

- 3) Рассчитать рН раствора гидразина, если при 25⁰ С ЭДС элемента
 $\text{Pt} \mid \text{X, ГХ} (\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) \mid \mid \text{KCl}_{\text{нас}} \mid \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \mid \text{Hg} \mid \text{Pt}$
 $E=4 \text{ мВ.}$

Решение

Слева – хингидронный электрод, справа – насыщенный каломельный
 $E = \varphi_{\text{пр}} - \varphi_{\text{лев}} = \varphi_{\text{кал}} - \varphi_{\text{ХГ}} = \varphi_{\text{кал}} - (\varphi_{\text{ХГ}}^0 - 0,059 \text{ рН}).$

По таблице находим

$\varphi_{\text{кал}} = 0,242 \text{ В}, \varphi_{\text{ХГ}}^0 = 0,699 \text{ В},$ откуда

$$\text{рН} = \frac{E - \varphi_{\text{кал}} + \varphi_{\text{ХГ}}^0}{0,059} = \frac{0,004 - 0,242 + 0,699}{0,059} = 7,8.$$

Ответ: рН=7,8.

Вопросы

1. Виды погрешностей.
2. Как рассчитать дисперсию отдельного определения малой выборки?
4. Какие ионы имеют аномально высокую подвижность в водном растворе?
5. Математическое выражение закона движения ионов Кольрауша.
6. Как рассчитать ЭДС гальванического элемента?
7. Для чего используют элемент Вестона в компенсационной схеме измерения ЭДС ГЭ.
8. Чем потенциометрическое титрование отличается от обычного титрования?
9. При каких условиях стеклянный электрод может быть использован в качестве индикаторного для измерения рН?
10. Что характеризует коэффициент селективности ионоселективного электрода?

Тесты

1. Если стандартное отклонение единичного определения S , то дисперсия равна: а) $2S$; б) S^2 ; в) \sqrt{S} .
2. Удельная электропроводимость электролита зависит от:
 - а) природы электролита и температуры;
 - б) формы сосуда для определения электропроводности;
 - в) константы ячейки для определения электропроводности.
3. Потенциал отдельно взятого электрода измерить:
 - а) можно;
 - б) нельзя;
 - в) можно, если это металлический электрод I-го рода.
4. Стеклянный электрод, используемый для измерения рН относится к:
 - а) мембранным электродам;

- б) газовым электродам;
в) окислительно-восстановительным электродам.

Тема 8 «СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

Практические задания

1. Выберите выражение общей скорости распространения электромагнитных волн.
 - а) $V = c/\epsilon\mu$;
 - б) $V = c\sqrt{\epsilon\mu}$
2. По какой формуле можно рассчитать энергию излучения или поглощения атомами электромагнитных волн.
 - а) $h \cdot \nu_{mn} = \sqrt{E_m - E_n}$;
 - б) $h \cdot \nu_{mn} = E_m - E_n$
3. По какой формуле определяется частота излучения молекулами света
 - а) $\nu = (E_m - E_n)/h = (E_{m(эл)} - E_{n(эл)})/h + (E_{m(кол)} - E_{n(кол)})/h + (E_{m(вр)} - E_{n(вр)})/h$;
 - б) $\nu = (E_m + E_n) \cdot h = (E_{m(эл)} - E_{n(эл)}) \cdot h - (E_{m(кол)} - E_{n(кол)}) \cdot h - (E_{m(вр)} - E_{n(вр)}) \cdot h$
4. Какое математическое выражение соответствует объединенному закону Бугера–Ламберта–Бера.
 - а) $\Phi_\lambda = \Phi_{0\lambda} \exp(-x_{0\lambda} cl)$;
 - б) $\Phi_\lambda = \Phi_{0\lambda}/\exp(x_{0\lambda} cl)$
5. Зависимость между какими величинами выражает спектр поглощения?
 - а) C от λ ;
 - б) D от λ
6. При спектрофотометрическом исследовании аммиачного раствора меди величина оптической плотности оказалась равной 1,20 при толщине исследуемого слоя раствора 30 мм. Молярный коэффициент поглощения 423. Вычислить концентрацию меди в растворе в мкг/мл.
 - а) 6,048;
 - б) 60,48
7. Вычислить молярный коэффициент поглощения раствора комплексного соединения железа с роданидом аммония. Величина оптической плотности раствора равна 1,13; при толщине исследуемого слоя раствора 20 мм. Масса железа, используемого для получения раствора, равна 3,136 мг.
 - а) 5; б) 500
8. Как рассчитать в спектрофотометрическом методе анализа концентрацию исследуемого раствора (C_x) по методу добавок.
 - а) $C_x = C_a \cdot D_x / (D_{x+a} - D_x)$;
 - б) $C_x = C_a \cdot D_x \cdot (D_{x+a} - D_x)$
9. Что используют в методе атомно-абсорбционного анализа для получения

характеристического резонансного излучения?

- а) лампы с полым катодом;
- б) стабилизаторы

10. В чем заключается правило Стокса?

- а) длина волны флуоресценции больше длины волны вызывающего ее ультрафиолетового излучения;
- б) длина волны флуоресценции меньше длины волны вызывающего ее ультрафиолетового излучения

11. Каков линейный диапазон концентрации вещества в люминесцентном методе анализа?

- а) 10^{-4} - 10^{-2} моль/л;
- б) 10^{-7} - 10^{-4} моль/л

12. По какой формуле рассчитывается квантовый выход люминесценции?

- а) $\eta_{кв} = \lambda N / (\alpha + \beta) N$;
- б) $\eta_{кв} = \lambda / N(\alpha + \beta)$.

Примеры решения задач

1. При определении биогенного микроэлемента в пищевом объекте фотоэлектроколориметрическим методом величина оптической плотности раствора, полученного после соответствующей обработки исследуемого объекта, оказалась равной 1,25. Объем полученного раствора составил 500 см³. Толщина исследуемого слоя раствора равна 20 мм. Молярный коэффициент поглощения равен 928. Определить содержание микроэлемента в полученном растворе в моль/л.

- а) $6,73 \cdot 10^{-4}$
- б) $6,73 \cdot 10^{-5}$

Решение

<p><i>Дано:</i> $D = 1,25$ $l = 20 \text{ мм}$ $x = 928$ $V = 500 \text{ мл}$ $C = ?$</p>	<p>Для решения необходимо применить объединенный закон Бугера-Ламберта-Бера: $D = xCl$ Отсюда $C = \frac{D}{xl}$ (моль/л) $l = 20 \text{ мм} = 2 \text{ см}$ $C = \frac{1,25}{928 \cdot 2} = 6,73 \cdot 10^{-4} \text{ моль/л}$</p>
---	--

Ответ: а)

2. Как связана оптическая плотность (D) с коэффициентом пропускания (T)?

Решение

- а) $D = T$ Оптическая плотность является величиной обратной

б) $D = \frac{1}{T}$ пропусканию

Ответ: б)

3. Вычислить коэффициент пропускания, если оптическая плотность исследуемого раствора равна 1,25.

а) 80%

б) 8%

$$D = \frac{1}{T}; T = \frac{1}{D} = \frac{1}{1,25} = 0,8$$

В процентах: $0,8 \cdot 100 = 80\%$

Ответ: а)

Вопросы

1. В чем заключается понятие оптической спектроскопии, ее классификация.
2. Основные положения квантовой, корпускулярной теории поглощения, излучения атомами электромагнитных волн.
3. Как определяется полная энергия молекулы?
4. Приведите примеры батохромного, гипсохромного сдвига спектра поглощения.
5. В чем заключается сущность спектрофотометрического метода анализа?
6. Что такое оптическая плотность раствора?
7. Какие факторы влияют на величину оптической плотности раствора?
8. Что такое спектр поглощения?
9. Какие явления вызывают отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера?
10. В чем заключается сущность метода атомно-абсорбционной спектрометрии; его отличия от спектрофотометрического метода?
11. Каковы преимущества атомно-абсорбционного метода анализа?
12. В чем заключается сущность и классификация люминесцентного метода анализа?

Тесты

1. Что называется оптической плотностью?
 - а) логарифм отношения интенсивности прошедшего к интенсивности падающего на исследуемый раствор света;
 - б) логарифм отношения интенсивности падающего к интенсивности прошедшего через анализируемый раствор света.
2. Какая зависимость существует между величиной оптической плотности и концентрации?
 - а) прямопропорциональная;
 - б) обратная.
3. От чего зависит величина молярного коэффициента поглощения?
 - а) от длины волны падающего на исследуемый раствор света;
 - б) от концентрации и толщины исследуемого слоя раствора.
4. На каких приборах измеряют величину оптической плотности раствора?

- а) на кондуктометрах;
 - б) на спектро-фотоэлектроколориметрах.
5. На чем основан метод атомно-абсорбционной спектроскопии?
- а) на зависимости характеристического (резонансного) поглощения света от концентрации;
 - б) на зависимости поглощения от длины волны.
6. Каковы пути повышения чувствительности метода атомно-абсорбционной спектроскопии?
- а) использование экстракционного варианта метода;
 - б) применение графитовой кюветы в сочетании с экстракцией.
7. Что является источником излучения в методе атомно-абсорбционной спектроскопии?
- а) лампы накаливания;
 - б) лампы с полым катодом.
8. В какую область длин волн происходит смещение максимальной длины волны флуоресценции по сравнению с длиной волны возбуждения (стоксово смещение)?
- а) в сторону увеличения;
 - б) в инфракрасную область.
9. На чем основан количественный люминесцентный анализ?
- а) на зависимости интенсивности люминесценции от концентрации;
 - б) на явлении преломления света.

Тема 9,10 «ХРОМАТОГРАФИЯ»

Практические задания

1. При определении фурфурола в смеси методом газовой хроматографии площадь его пика $S_{\text{фурфурола}}$ сравнивали с площадью пика *o*-ксилола $S_{\text{ксилола}}$, который вводили в качестве стандарта. Для стандартного образца, содержащего 25% фурфурола, и исследуемого образца через следующие результаты:

Вариант	Стандартный образец		Исследуемый образец	
	$S_{\text{фурфурола}}$ мм ²	$S_{\text{ксилола}}$ мм ²	$S_{\text{фурфурола}}$ мм ²	$S_{\text{ксилола}}$ мм ²
1	11	25	18,5	22
2	15	28	19,5	24
3	21	35	25	32

Принять k равным единице для обоих компонентов. Определить массовую долю (%) фурфурола в исследуемом образце.

Ответ: Вариант 1: а) 47,78%
 б) 39,61%
 в) 48,86%

Вариант 2: а) 35,45%
 б) 37,92%
 в) 38,73%

Вариант 3: а) 33,65%
 б) 30,21%
 в) 32,55%

2. Рассчитать массовую долю (%) компонентов газовой смеси по следующим данным, полученным методом газовой хроматографии:

Газ	S , мм ²	k
Бензол	20,6	0,78
Толуол	22,9	0,79
Этилбензол	30,5	0,82
Кумол	16,7	0,84

Ответ: Бензол: а) 21,95%
 б) 20,42%
 в) 22,12%

Толуол: а) 25,08%
 б) 24,72%
 в) 24,30%

Этилбензол: а) 35,14%
 б) 34,17%
 в) 34,92%

Кумол: а) 18,74%
 б) 20,43%
 в) 19,16%

3. Цис-1,2-дихлорэтилен в винилиденхлориде определяли методом газовой хроматографии, используя толуол в качестве внутреннего стандарта, и получили следующие данные для градуировочного графика:

S_x/S_T	0,72	0,90	1,08	1,28
ω , %	0,5	1,0	1,5	2,0

Рассчитать массовую долю (%) *цис*-1,2-дихлорэтилена в исследуемом образце по следующим данным о пиках определяемого и стандартного вещества (принять $k=1$):

Вариант	Пик <i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен		Пик толуола	
	основание	высота	основание	высота
1	18	35	15	52
2	14	42	18	45
3	12	60	15	50

Ответ: Вариант 1: Вариант 2: Вариант 3:
 а) 0,55% а) 0,55% а) 1,05%
 б) 0,75% б) 0,75% б) 1,25%
 в) 0,65% в) 0,65% в) 1,15%

4. При определении адипиновой кислоты в продукте гидрокарбосилирования бутадиена методом бумажной хроматографии полученные пятна, проявленные метиловым красным, вырезали, высушили и взвесили. Для стандартных смесей с различным содержанием адипиновой кислоты получили данные:

Масса кислоты, мкг 5 10 15 20

Масса бумаги с пятном, мг 61 106 146 186

Навеску анализируемого образца m мг растворили в V мл воды и порции полученного раствора по 0,05 мл хроматографировали. Масса полученных пятен составила m_2 мг.

Определить массовую долю (%) адипиновой кислоты в анализируемом продукте.

Вариант	m_1 , мг	V , мл	m_2 , мг
1	100	10	85
2	150	20	107
3	200	25	165

Ответ: Вариант 1: Вариант 2: Вариант 3:
 а) 1,30% а) 2,93% а) 4,92%
 б) 1,60% б) 3,04% б) 4,37%
 в) 1,80% в) 3,72% в) 5,07%

5. Для определения диоксифенилметана в пищевых продуктах использовали метод тонкослойной хроматографии. Для стандартных образцов получены следующие результаты:

Концентрация диоксифенилметана,

мкг/0,02 мл 5,0 10,0 15,0 35,0

Площадь пятна, мм² 7,94 12,59 15,85 27,10.

Для построения градуировочного графика использована зависимость $\lg S - \lg c$. Навеску овощей массой m г обработали V мл спирта, который

затем упарили до 5,00 мл, затем 0,02 мл его хроматографировали методом ТСХ и получили пятно площадью S мм².

Определить концентрацию диоксифенилметана в овощах (мг/кг).

Вариант	1	2	3
m , г	250	100	38
S , мм ²	26,55	20,42	14,79

Ответ: Вариант 1:

а) 34,4 мг/кг

б) 35,0 мг/кг

в) 33,2 мг/кг

Вариант 2:

а) 35,8 мг/кг

б) 36,5 мг/кг

в) 37,4 мг/кг

Вариант 3:

а) 17,27 мг/кг

б) 16,48 мг/кг

в) 18,52 мг/кг

Вопросы

1. В чем сущность методов хроматографии?
2. Какие требования предъявляются к адсорбентам и растворителям ? Назовите наиболее распространенные растворители и адсорбенты в жидкостной хроматографии.
3. Какие способы применяют для определения эффективности хроматографических разделений ?
4. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов адсорбционной, газовой и тонкослойной хроматографии ?
5. Какие устройства используются в качестве дозаторов ?
6. Что представляют собой: а) дифференциальные детекторы; б) интегральные детекторы ?
7. Дать определение понятий: а) высота хроматографического пика; б) ширина хроматографического пика; в) приведенный удерживаемый объем; г) общий удерживаемый объем.
8. В чем сущность качественного хроматографического анализа по величине удерживаемого объема ?
9. В чем сущность методов количественного анализа: а) абсолютной калибровке; б) внутренней нормализации (нормировки); в) внутреннем стандарте?
10. Как выполняется качественный и количественный анализы методом распределительной жидкостной хроматографии на бумаге ?

Тесты

1. Вариант хроматографии, основанный на том, что в колонку с адсорбентом вводят порцию анализируемой смеси веществ в растворителе и колонку непрерывно промывают газом-носителем или растворителем:
 - а) фронтальный метод;
 - б) проявительный (элюэнтный) метод;
 - в) вытеснительный метод.
2. В хроматографической колонке происходит:
 - а) разделение компонентов анализируемой смеси;

- б) обнаружение компонентов анализируемой смеси.
3. Детекторы по теплопроводности (катарометр), по плотности, по электрической проводимости, пламенный, пламенно-ионизационный (ПИД) и др. ионизационные детекторы относятся к группе:
- а) интегральных детекторов;
 - б) дифференциальных детекторов.
4. Подвижной фазой в газовой хроматографии является:
- а) жидкость;
 - б) газ;
 - в) твердый сорбент.
5. Неподвижной фазой в высокоэффективной жидкостной хроматографии является:
- а) жидкость;
 - б) газ;
 - в) твердый сорбент.
6. Хроматографический качественный анализ основан на использовании характеристик удерживания:
- а) высоты хроматографического пика;
 - б) площади хроматографического пика;
 - в) времени удерживания.
7. Хроматографический качественный анализ основан на экспериментальном определении зависимости высоты или площади пика от концентрации вещества и построении градуировочных графиков называется:
- а) методом нормировки;
 - б) методом нормировки с калибровочным (градуировочным) коэффициентами;
 - в) методом абсолютной калибровки;
 - г) методом внутреннего стандарта.

