

# 1 Хроматография.

## 1.1 Задача

Реакционную массу после нитрования толуола проанализировали методом газожидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта. Определите процент непрореагировавшего толуола по экспериментальным данным, если:  $A$  - масса толуола, г;  $B$  - масса внесенного этилбензола, г;  $S_{cm}$  - площадь пика хроматограммы толуола, мм<sup>2</sup>;  $S_x$  - площадь пика хроматограммы стандарта (этилбензола), мм<sup>2</sup>;  $k_x$  - поправочный коэффициент толуола;  $k_{cm}$  - поправочный коэффициент стандарта.

№ варианта	8
$A, г$	18,5412
$B, г$	2,6543
$S_x, мм^2$	155,3
$k_x$	1,01
$S_{cm}, мм^2$	80,1
$k_{cm}$	1,02

Отношение масс стандарта ( $B$ ) и определяемого вещества ( $A_x$ ) должно быть равно отношению площадей пиков, поэтому

$$\frac{B}{A_x} = \frac{S_{cm} * k_{cm}}{S_x * k_x},$$

где

$S...$  - площади пиков;

$k...$  поправочные коэффициенты.

Найдем отсюда массу определяемого вещества (толуола):

$$A_x = \frac{S_x * k_x}{S_{cm} * k_{cm}} * B = \frac{155.3 * 1.01}{80.1 * 1.02} * 2.6543 = 5,0958 г.$$

Массовая доля толуола в смеси будет равна:

$$\omega_{\text{толуол}} = \frac{A_x}{A} * 100 = \frac{5,0958}{18,5412} * 100 = 27.48\%$$

## 1.2 Задача

Рассчитайте процентный состав газовой смеси по следующим данным, полученным при газовой хроматографии этой смеси:

№ варианта	8	
Газ	$S, \text{мм}^2$	$k$
Пропан	300	1,13
Бутан	252	1.11
Пентан	198	0,69
Циклогексан	28	0,85
Пропилен	11	0,65

$S$  – площадь пика хроматограммы,  $\text{мм}^2$ ;  $k$  – поправочный коэффициент.

Массовая доля каждого компонента смеси рассчитывается следующим образом:

$$\omega_i = \frac{S_i * k_i}{\sum (S_i * k_i)},$$

где

$S_i$  – площадь пика;

$k_i$  – поправочный коэффициент.

Для расчета нам нужна сумма площадей пиков:

$$\sum (S_i * k_i) = 300 * 1.13 + 252 * 1.11 + 198 * 0.69 + 28 * 0.85 + 11 * 0.65 = 786,29 \text{ м}^2.$$

Найдем массовую долю пропана, бутана, пентана, циклогексана и пропилена:

$$\omega_{\text{пропан}} = \frac{300 * 1.13}{786,29} * 100 = 43.11\%.$$

$$\omega_{\text{бутан}} = \frac{252 * 1.11}{786,29} * 100 = 35.57\%$$

$$\omega_{\text{пентан}} = \frac{198 * 0.69}{786,29} * 100 = 17.38\%$$

$$\omega_{\text{циклогексан}} = \frac{28 * 0.85}{786,29} * 100 = 3.03\%$$

$$\omega_{\text{пропилен}} = \frac{11 * 0.65}{786,29} * 100 = 0.91\%$$

## 2 Кондуктометрия

### 2.1 Задача

Для определения концентрации HF используют зависимость удельной электропроводности ( $\kappa_0$ ) от содержания кислоты (C) в растворе:

C, моль/л	0,004	0,007	0,015	0,030	0,060	0,121	0,243
$\kappa_0 \cdot 10^4$ , Ом <sup>-1</sup> · см <sup>-1</sup>	2,5	3,8	5,0	8,0	12,3	21,0	36,3

Постройте по этим данным калибровочный график  $\lg \kappa_0 = f(\lg C)$  и с его помощью определите концентрацию HF, если удельная электропроводность раствора равна:

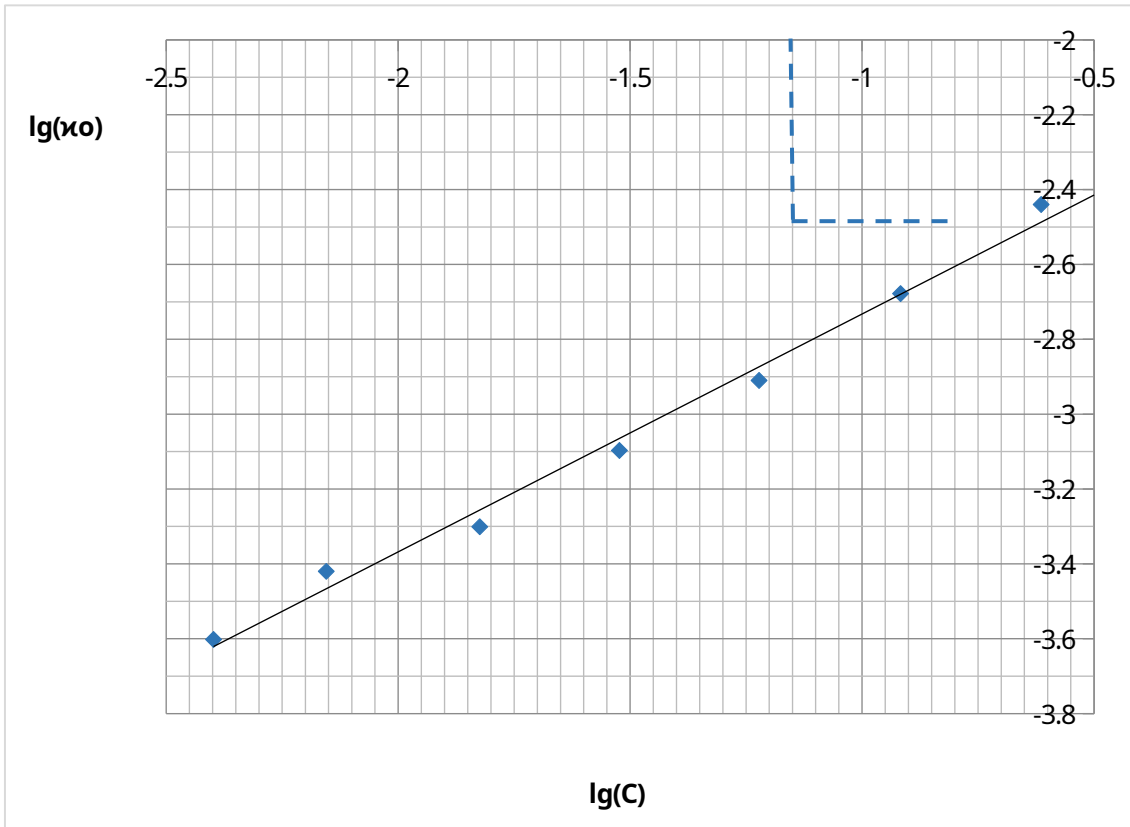
№ варианта	8
$\kappa_0 \cdot 10^4$ , Ом <sup>-1</sup> · см <sup>-1</sup>	35.0

Подготовим данные для построения калибровочного графика

C, моль/л	0,004	0,007	0,015	0,030	0,060	0,121	0,243
lg(C)	-	-	-	-	-	-	-
	2,398	2,155	1,824	1,523	1,222	0,917	0,614
$\kappa_0 \cdot 10^4$ , Ом <sup>-1</sup> · см <sup>-1</sup>	2,5	3,8	5,0	8,0	12,3	21,0	36,3
lg( $\kappa_0$ )	-	-	-	-	-	-	-
	3,602	3,420	3,301	3,097	2,910	2,678	2,440

Нам известна удельная электрическая проводимость анализируемого раствора. Найдем логарифм этой величины:

$$\lg(\kappa_0) = \lg(35 * 10^{-4}) = -2.46$$



По калибровочному графику находим, что этому значению соответствует следующая величина  $lg(C)$ :

$$lg(C) = -0.58.$$

Теперь вычислим концентрацию плавиковой кислоты:

$$C = 10^{-0.58} = 0.26 \frac{\text{моль}}{\text{л}}.$$

## 2.2 Задача

При кондуктометрическом титровании  $V$  мл смеси  $\text{NaOH}$  и  $\text{NH}_3$   $0,0100 \text{ M}$   $\text{HCl}$  получили данные, представленные в таблице.

$V_{(\text{HCl})}$ , мл	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$\kappa \cdot 10^3$ , См	6,30	5,41	4,52	3,62	3,71	4,79	5,85	6,93	9,00	12,0

Построить кривую титрования и вычислить концентрацию ( $\text{г}\cdot\text{л}^{-1}$ )  $\text{NaOH}$  и  $\text{NH}_3$  в исследуемом растворе при значениях  $V$  приведённых ниже в таблице.

№ варианта	8
$V$ , мл	60



Построим кривую титрования смеси оснований сильной кислотой.

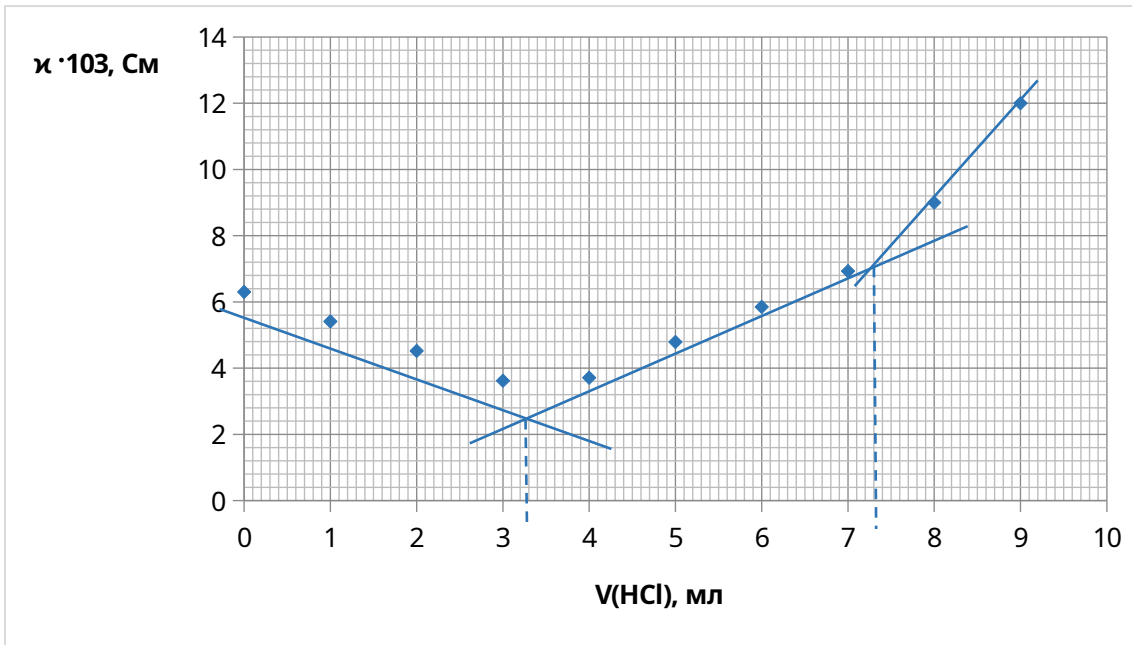


График имеет 2 излома. Первый излом соответствует эквивалентному объему HCl на титрование гидроксида натрия -  $V_1(\text{HCl}) = 3,5$  мл. Второй излом соответствует эквивалентному объему кислоты на титрование суммы гидроксидов натрия и аммония:  $V_2(\text{HCl}) = 7,45$  мл.

Рассчитаем концентрацию гидроксида натрия:

$$C(\text{NaOH}) = \frac{V_1(\text{HCl}) * C(\text{HCl}) * M(\text{NaOH})}{V} = \frac{3,5 * 0,01 * 40,00}{60} = 0,0233 \text{ г} * \text{л}^{-1},$$

где

$M(\text{NaOH})$  – молярная масса NaOH;

$V$  – объем пробы.

Рассчитаем концентрацию  $\text{NH}_3$ :

$$C(\text{NH}_3) = \frac{(V_2(\text{HCl}) - V_1(\text{HCl})) * C(\text{HCl}) * M(\text{NH}_3)}{V} = \frac{(7,45 - 3,5) * 0,01 * 17,03}{60} = 0,0112 \text{ г} * \text{л}^{-1},$$

где

$M(\text{NH}_3)$  – молярная масса  $\text{NH}_3$ .

### 3 ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

#### 3.1 Задача

В стандартных растворах соли калия с концентрацией  $C_{K^+}$  были измерены электродные потенциалы калийселективного электрода относительно хлорсеребряного электрода и получены следующие данные:

$C_{K^+}$ , моль·л <sup>-1</sup>	$1,0 \cdot 10^{-1}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$
$E$ , мВ	100	46,0	- 7,00	- 60,0

По этим данным построить градуировочный график в координатах  $E - pC_{K^+}$ . Навеску образца массой 0,2000 г, содержащего калий, растворили в воде, и объём довели до  $V$  (мл). Затем измерили электродный потенциал калийселективного электрода  $E_x$  в полученном растворе:

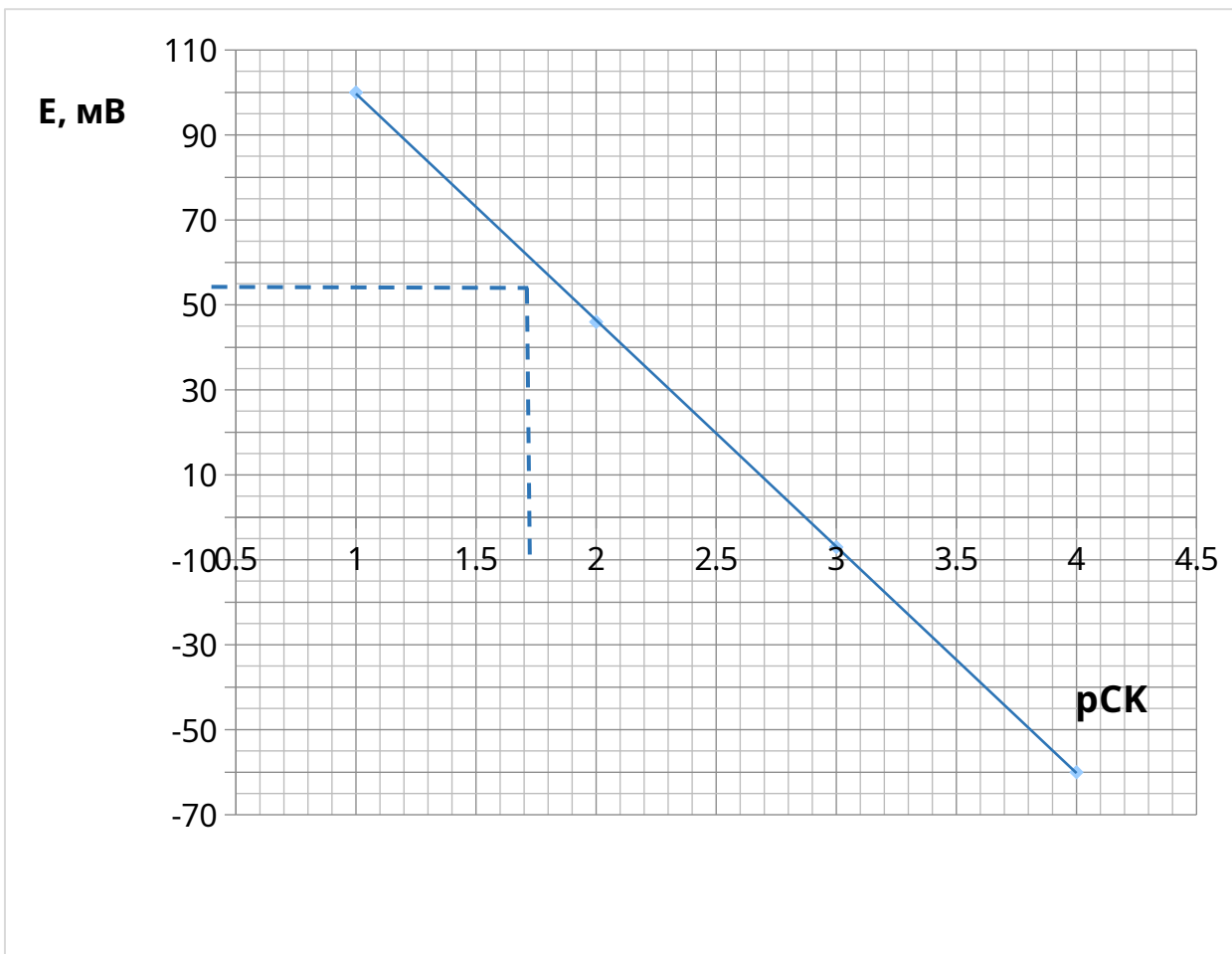
Вычислить массовую долю калия  $w$  (%) в образце.

Вариант	8
$V$ , мл	400
$E_x$ , мВ	57

Подготовим данные для построения градуировочного графика:

$C_K$ , моль/л	$1,0 \cdot 10^{-1}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$
$pC_K = -\lg(C_K)$	1	2	3	4
$E$ , мВ	100	46,0	-7,00	-60,0

Построим калибровочный график.



Потенциалу в 57 мВ соответствует значение  $pC_K=1,8$ . Рассчитаем молярную концентрацию этого раствора:

$$C_K = 10^{-1.8} = 0,0158 \text{ M}.$$

Теперь найдем массовую долю (%) калия в образце:

$$\omega(K) = \frac{C_K * M(K) * V}{m} * 100 = \frac{0,0158 * 39,10 * 0,4}{0,2000} * 100 = 123.56\%,$$

где

$M(K)$  – атомная масса калия;

$V$  – объем раствора;

$m$  – навеска анализируемого образца.

Такого содержания не бывает! Нельзя исключить ошибку в условии задачи.

### 3.2 Задача

При потенциометрическом титровании аликвотной части ( $V$  мл) раствора, содержащего смесь  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaOH}$ , титрантом  $\text{HCl}$  с концентрацией  $0,1000\text{н}$  получили данные:

$V_T$ , мл	13,5	14,0	14,5	15,0	15,5	16,0	19,0	20,0	20,5	21,0	21,5
pH	9,4	8,9	8,6	7,9	7,0	6,7	5,8	5,2	3,9	3,0	2,7

$V_T$  - объем титранта, мл.

Используя дифференциальную кривую титрования, определите содержание компонентов в смеси (в г/л) при значениях  $V$  приведенных ниже в таблице.

№ варианта	8
$V$ , мл	40

Построим дифференциальную кривую титрования, используя метод численного дифференцирования. Производную будем рассчитывать следующим образом:

$$\frac{\Delta pH}{\Delta V} \approx \frac{pH_{i+1} - pH_i}{V_{i+1} - V_i}.$$

Каждому вычисленному значению частной производной соответствует объем титранта

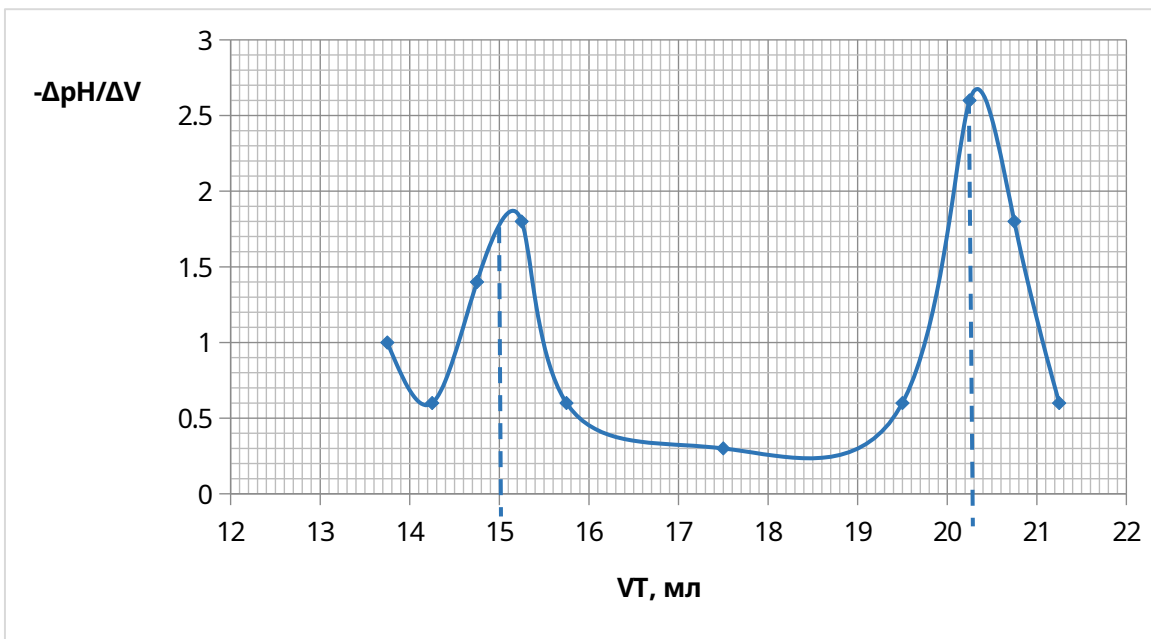
$$V_i = \frac{V_{i+1} + V_i}{2}.$$

Поместим в таблицу результаты расчетов.

$V_T$ , мл	13,5	14,0	14,5	15,0	15,5	16,0	19,0	20,0	20,5	21,0	21,5
pH	9,4	8,9	8,6	7,9	7,0	6,7	5,8	5,2	3,9	3,0	2,7
$V_T$ , мл	13,75	14,25	14,75	15,25	15,75	17,5	19,5	20,25	20,75	21,25	
- $\Delta pH/\Delta V$	1	0,6	1,4	1,8	0,6	0,3	0,6	2,6	1,8	0,6	

Построим график дифференциальной кривой титрования.





Первый пик дифференциальной кривой титрования соответствует оттитровыванию карбоната до гидрокарбоната и щелочи ( $V_1=15.2$ мл), а второй пик – оттитровыванию гидрокарбоната ( $V_2=20.4$ мл), который образуется из карбоната.

Рассчитаем концентрацию карбоната натрия:

$$C_m(Na_2CO_3) = \frac{C(HCl) * (V_2 - V_1)}{V} * M(Na_2CO_3) = \frac{0.1 * (20.4 - 15.2)}{40} * 106 = 1,38 \frac{г}{л},$$

где

$M(Na_2CO_3)$  – молярная масса  $Na_2CO_3$ .

Теперь рассчитаем концентрацию щелочи:

$$C_m(NaOH) = \frac{C(HCl) * (2V_1 - V_2)}{V} * M(NaOH) = \frac{0.1 * (2 * 15.2 - 20.4)}{40} * 40 = 1,00 \frac{г}{л},$$

где

$M(NaOH)$  – молярная масса NaOH.

## 4 Эмиссионная спектроскопия

### 4.1 Задача

Для определения содержания натрия в сточной воде содового производства использовали метод пламенной фотометрии. Непосредственное определение проводится при содержании натрия в пробе от 0,1 до 10 мг/л. Более концентрированные воды предварительно разбавляют, а менее концентрированные - упаривают. Объем исходной

пробы 500 мл, после упаривания - указан в таблице 2. Определение проводилось методом калибровочного графика. Данные для его построения приведены в табл.1. Вычислить содержание натрия (мг/л) в исследуемой сточной воде.

Таблица 1

Результаты фотометрирования стандартных растворов NaCl

Концентрация натрия, мг/дм <sup>3</sup>	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	7,0	10,0
Относительная интенсивность излучения (I <sub>отн.</sub> )	30,0	36,0	40,0	44,0	48,0	56,0	70,0

Характеристики исследуемых растворов

Параметры	Варианты и исходные данные
	8
Объем пробы после упаривания, мл	250
Относительная интенсивность излучения (I <sub>отн.</sub> )	48

Построим калибровочный график I<sub>отн.</sub> от C(мг/л).





		<b>нения</b>							
8	Cu <sup>2+</sup>	С аммиак ом	75	0,1 г сплава, содержащего 5,26% Cu в 100 млра створа	2,5	51,4	Cu (в %) в сплаве при навеске 0,2 г в 250 млра створа	5,0	63,2

Сила тока пропорциональна световому потоку. Отсюда можно рассчитать оптическую плотность стандартного ( $A_{cm}$ ) и анализируемого растворов ( $A_x$ ):

$$A = -\lg\left(\frac{I}{I_0}\right);$$

$$A_{cm} = -\lg\left(\frac{51,4}{75}\right) = 0,164;$$

$$A_x = -\lg\left(\frac{63,2}{75}\right) = 0,0743.$$

Рассчитаем концентрацию меди в стандартном растворе:

$$C_{cm} = \frac{m \cdot \omega(Cu)}{100} = \frac{0,1 \cdot 5,26}{100} = 0,00526 \frac{г}{л},$$

где

$m$  – масса сплава;

$\omega(Cu)$  – процент меди в сплаве;

$V$  – объем раствора.

Согласно закону Бугера-Ламберта-Бера, оптическая плотность прямо пропорциональна концентрации определяемого вещества и толщине оптического слоя. Отсюда следует, что

$$\frac{C_x}{C_{cm}} = \frac{A_x \cdot l_{cm}}{A_{cm} \cdot l_x}$$

Найдем отсюда концентрацию меди:

$$C_x = \frac{A_x \cdot l_{cm}}{A_{cm} \cdot l_x} \cdot C_{cm} = \frac{0,0743 \cdot 2,5}{0,164 \cdot 5,0} \cdot 0,00526 = 0,00119 \frac{г}{л},$$

где

$l \dots$  – толщина кюветы.

Теперь рассчитаем массовую долю меди в сплаве:

$$\omega(Cu) = \frac{C_x \cdot V_x}{m} \cdot 100 = \frac{0,00119 \cdot 0,25}{0,2} \cdot 100 = 1,49\%$$

где

$M()$  – молярные массы веществ;

$m$  – масса анализируемого образца;

$V_x$  – объем анализируемого раствора.

### 5.3 Задача

Навеску стали, массой  $m$  (г) растворили в колбе вместимостью 50,0 мл. В две мерные колбы вместимостью 50,0 мл отобрали аликвоты по 20,0 мл. В одну колбу добавили раствор, содержащий 1,000 мг титана. Далее в обе колбы поместили раствор пероксида водорода и довели растворы до метки водой.

Вычислить массовую долю титана в стали, если при фотометрировании растворов получили следующие оптические плотности  $A_x$  и  $A_{x+ст}$ :

Вариант	$m$ , г	$A_x$	$A_{x+ст}$
8	0,6911	0,257	0,482

Согласно закону Бугера-Ламберта-Бера, оптическая плотность прямо пропорциональна концентрации определяемого вещества и толщине оптического слоя. На этом основании найдем массу титана в объеме пробе:

$$m_{Ti} = \frac{A_x}{A_{x+ст} - A_x} \cdot m_{cm} = \frac{0,257}{0,6911 - 0,257} \cdot 1 = 0,592 \text{ мг},$$

где

$m_{cm}$  – масса титана в добавке стандарта.

После растворения навески в исходных 50 мл, для анализа отобрали аликвоту 20 мл. Таким образом, масса титана в навеске стали будет равна:

$$m_{Ti} = \frac{0,592 \cdot 50}{20} = 1,480 \text{ мг}.$$

Тогда массовая доля титана в стали равна

$$\omega_{Ti} = \frac{m_{Ti}}{m} \cdot 100 = \frac{1,480 \cdot 10^{-3}}{0,6911} \cdot 100 = 0,21 \%,$$

где

$m$  – масса навески стали.