

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БРАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Специальность 18.02.12

Технология аналитического контроля качества соединений

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по выполнению практических работ

***ПМ 01. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ СРЕДСТВ И МЕТОДОВ
АНАЛИЗА ПРИРОДНЫХ И ПРОМЫШЛЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ***

МДК 01.02

***«АВТОМАТИЗАЦИЯ И КОМПЬЮТЕРИЗАЦИЯ ПРИРОДНЫХ И
ПРОМЫШЛЕННЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА»***

Братск 2021

Составила (разработала) Абдрахимова В.В., преподаватель кафедры химико-механических дисциплин

Методические указания для самостоятельной работы студентов составлены на основании с требованиями ФГОС СПО по специальности 18.02.12 «Технология аналитического контроля химических соединений» по ПМ 01. Определение оптимальных средств и методов анализа природных и промышленных материалов, МДК.01.02 Автоматизация и компьютеризация природных и промышленных методов анализа

Содержание

Введение	4
1 Требования к проведению практических работ	5
2 Практическая работа 1. Автоматизация анализа	6
3 Практическая работа 2. Компьютеризованная лаборатория.	10
4 Практическая работа 3. Автоматизация и оптических методов анализа	11
5 Практическая работа 4. Автоматизация и электрохимических методов анализа	17
6 Практическая работа 5. Автоматизация и хроматографических методов анализа	21
Список использованных источников	24

Введение

Цель практических занятий по дисциплине «Автоматизация и компьютеризация природных и промышленных методов анализа» – углубленное изучение разделов дисциплины.

В ходе практических занятий студенты смогут усвоить и глубже понять теоретические положения курса, приобретут навыки самостоятельной работы в решении практических задач.

В результате изучения дисциплины «Автоматизация и компьютеризация природных и промышленных методов анализа» формируется современное мировоззрение о роли и месте аналитической химии и физико-химических методах анализа в современной научной картине мира, развивается у студентов творческое мышление для решения практических задач. Текущий контроль проводится в виде опроса по контрольным вопросам, проверке индивидуальных письменных заданий и расчетных задач

1 Требования к проведению практических работ

Приступая к изучению дисциплины «Автоматизация и компьютеризация природных и промышленных методов анализа», студенту необходимо внимательно ознакомиться с тематическим планом занятий, списком рекомендованной литературы.

При подготовке к практическим занятиям студент в обязательном порядке изучает теоретический материал в соответствии с методическими указаниями к практическим занятиям.

По результатам практического занятия предложены индивидуальные письменные задания, которые студенты должны решить.

Критерии оценивания индивидуального письменного задания:

- 87-100 баллов – при правильном решении трех заданий;
- 74-86 баллов – при правильном решении двух и неполном решении третьего задания;
- 61-73 балла – при правильном решении одного и неполном решении второго и третьего задания;
- 0-60 балла – при правильном решении только одного задания или при отсутствии правильного решения на все задания.

Количество баллов	100-87	86-74	73-61	60-0
Шкала оценивания	Отлично	Хорошо	Удовлетворительно	Неудовлетворительно

2 Практическая работа 1. Автоматизация анализа

Цель практической работы: повторить пройденный материал и систематизировать его.

Материалы и оборудование: Золотов «Основы аналитической химии», Р.Кельнер «Аналитическая химия. Проблемы и подходы», М.Отто «Современные методы аналитической химии».

На основе полученных знаний опишите технологические схемы.

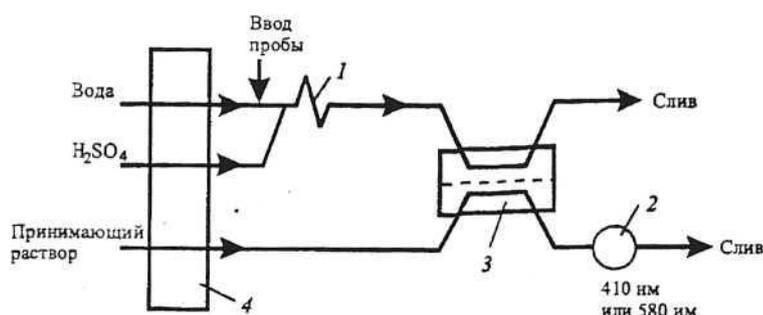


Рисунок 1. Схема потокораспределительной системы для определения диоксида углерода в крови, включающая газодиффузионное разделение: 1 - смешивательная спираль; 2 - фотометрический детектор; 3 - мембранный сепаратор; 4 - насос.

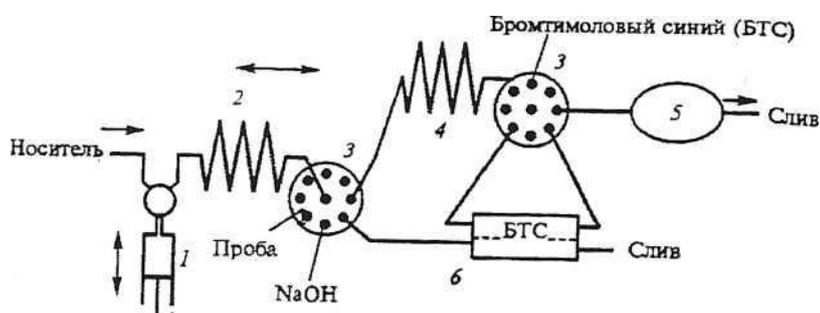


Рисунок 2. Схема для последовательно-инжекционного определения ионов аммония, включающая газодиффузионное разделение и спектрофотометрическое детектирование; 1 - шприцевый насос; 2 - удерживающая спираль; 3 - многоходовой крест; 4 - реакционная спираль; 5 - спектрофотометрический детектор; 6 — газодиффузионный сепаратор.

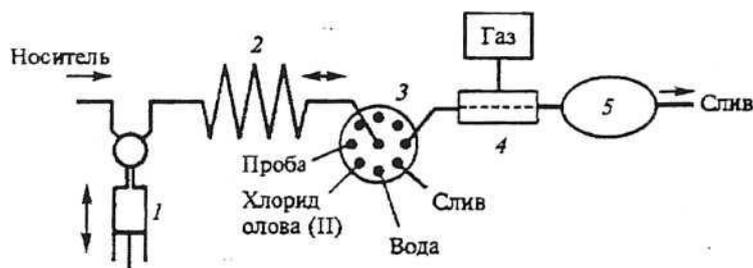


Рисунок 3. Схема потокораспределительной системы для последовательно-инжекционного определения ртути (II) в морепродуктах и морских донных отложениях, включающей генерацию «холодного» пара и атомно-абсорбционное детектирование; 1 - шприцевой насос; 2 - «удерживающая» спираль; 3 - многоходовой кран; 4 - газодиффузионный сепаратор; 5 - атомно-абсорбционный детектор.

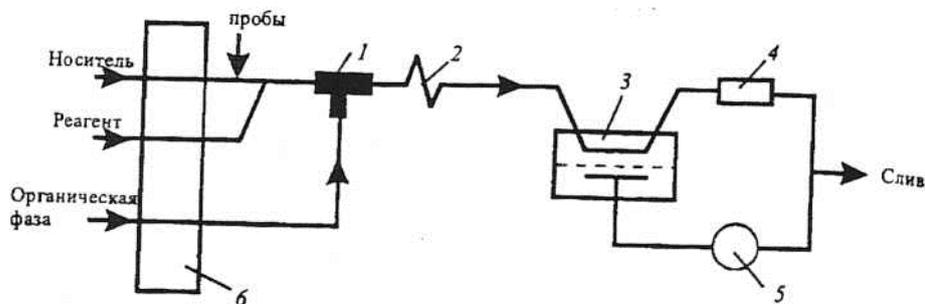


Рисунок 4. Схема потокораспределительной системы для проточно-инжекционного определения ПАВ, включающая экстракционное выделение: 1 - сегментор; 2 - экстракционная спираль; 3 - сепаратор; 4 - резистор; 5 - фотометрический детектор; 6 - насос.

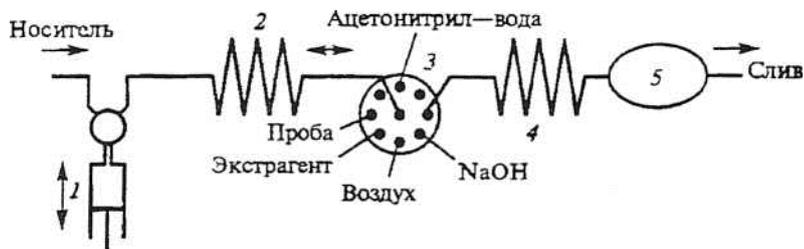


Рисунок 5. Схема потокораспределительной системы для автоматизированного последовательно-инжекционного определения нитрофенолов в воде, включающей жидкость-жидкостную экстракцию и спектрофотометрическое детектирование: 1 - шприцевой насос; 2 - «удерживающая» спираль; 3 - многоходовой кран; 4 - экстракционная спираль; 5 - спектрофотометрический детектор.

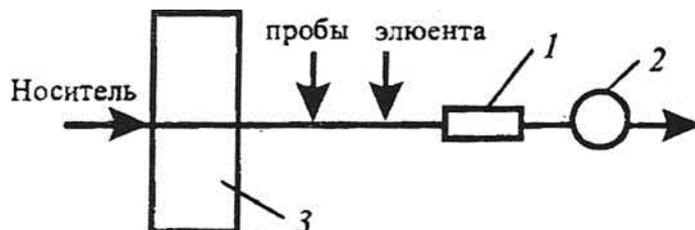


Рисунок 6. Схема потокораспределительной системы для проточно-инжекционного определения, включающая сорбционное концентрирование: 1 - колонка; 2 - атомно-абсорбционный спектрометр; 3 - насос

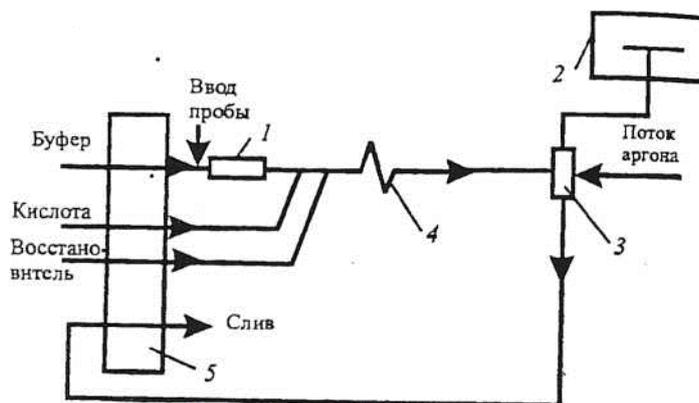


Рисунок 7. Схема потокораспределительной системы для проточно-инжекционного определения селена и мышьяка, включающая генерацию гидридов и сорбционное отделение мешающих ионов металлов: 1 - колонка; 2 - атомно-абсорбционный спектрометр; 3 - мембранный сепаратор; 4 - смесительная спираль; 5 - насос.

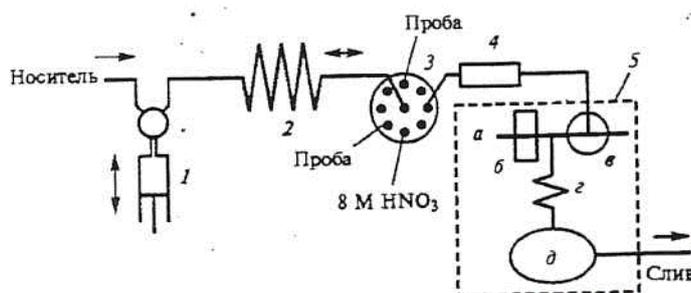


Рисунок 8. Схема потокораспределительной системы для последовательно-инжекционного определения ^{90}Sr в ядерных отходах, включающей on-line концентрирование и сцинтилляционное детектирование радиоактивности: 1 - шприцевой насос; 2 - «удерживающая» спираль; 3 - многоходовой кран; 4 - микроколонка, содержащая полимерный сорбент, модифицированный краун-эфиром; 5 - проточная система для детектирования радиоактивности (а - трубка для подачи раствора сцинтиллятора; б - перистальтический насос; в - распределительный кран; г - смесительная спираль; д - счетчик радиоактивности).

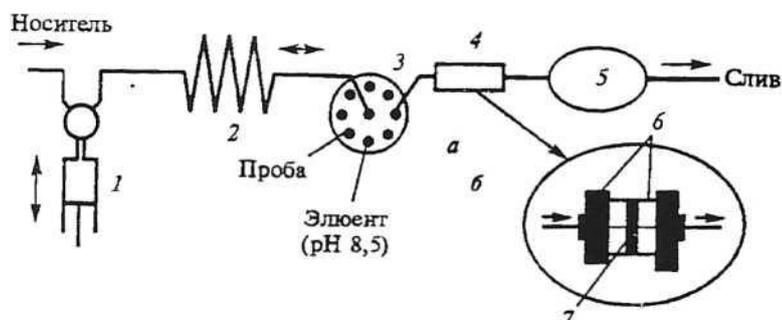


Рисунок 9. Схема потокораспределительной системы для последовательно-инжекционного определения органических кислот (лимонной, малеиновой, винной) и сахаров (глюкозы, фруктозы и сахарозы) в сухих соках,

включающей on-line сорбционное концентрирование и ИК-спектроскопическое детектирование с преобразованием Фурье: 1 - шприцевой насос; 2 - «удерживающая» спираль; 3 - многоходовой кран; 4 - сорбционный картридж; 5 - ИК спектрометр с преобразованием Фурье; 6 - уплотняющие прокладки; 7 - сорбционный диск.

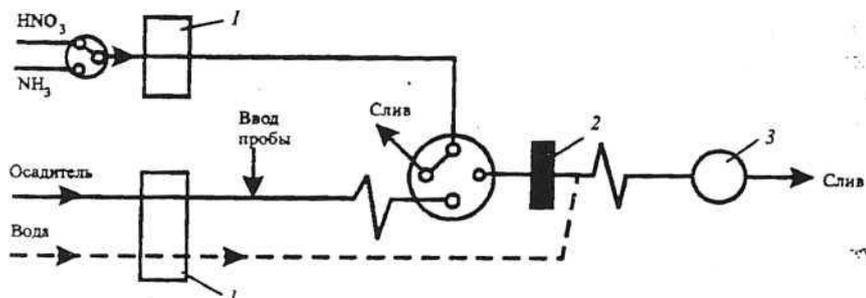


Рисунок 10. Схема потокораспределительной системы для проточно-инжекционного определения хлорида и иодида, включающая осаждение-растворение малорастворимых соединений: 1 - насос; 2 - фильтр; 3 - атомно-абсорбционный спектрометр.

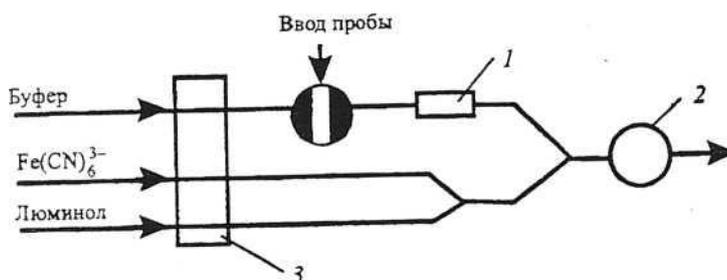


Рисунок 11. Схема потокораспределительной системы для проточно-инжекционного определения глюкозы: 1 - ферментный реактор; 2 - флуоресцентный детектор; 3 - насос

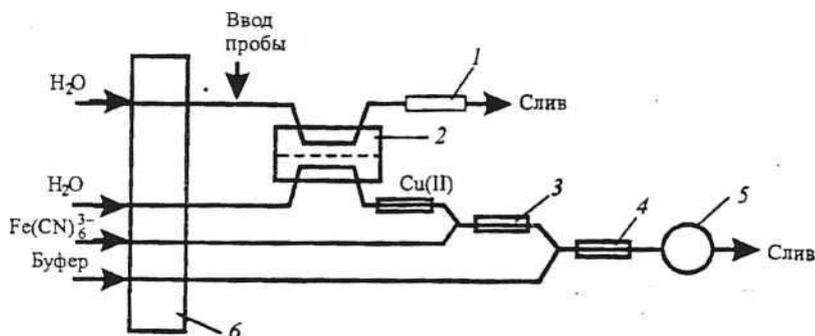


Рисунок 12. Схема потокораспределительной системы для амперометрического определения галактозы в биологических жидкостях: 1 - резистор; 2 - диализатор; 3 - ферментный реактор, содержащий иммобилизованную галактозоксидазу; 4 - ферментный реактор, содержащий иммобилизованную пероксидазу; 5 - амперометрический детектор; 6 – насос.

3 Практическая работа 2. Компьютеризованная лаборатория.

Цель практической работы: повторить пройденный материал и систематизировать его.

Материалы и оборудование: Золотов «Основы аналитической химии», Р.Кельнер «Аналитическая химия. Проблемы и подходы», М.Отто «Современные методы аналитической химии».

Ответьте на предложенные вопросы.

1. Из каких компонентов состоит сигнал?
2. Как называются высокочастотные и низкочастотные компоненты сигнала?
3. Что такое отношение сигнал/шум?
4. Объясните смысл предельного значения частот, называемого частотой Нейквиста.
5. Поясните с помощью рисунка смысл «эффекта отождествления» частот.
6. В чем смысл преобразование Фурье? Достоинства.
7. Каким простым правилом следует руководствоваться для оптимального выбора функции сверки в методе кросс-корреляция?
8. В чем смысл развертки? Её задачи.
9. Каковы основные причины широкого применения цифровых фильтров в аналитической химии?
10. Как выглядит функция свертки, используемая в оконных фильтрах?
11. В чем состоит компромисс при выборе оптимальной ширины фильтра для сглаживания?
12. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Исходный сигнал, усл.ед.	2	3	4	5	6	8	9	8	6	5	4	3

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

4 Практическая работа 3. Автоматизация и оптических методов анализа

Цель практической работы: повторить пройденный материал и систематизировать его.

Материалы и оборудование: Золотов «Основы аналитической химии», Р.Кёльнер «Аналитическая химия. Проблемы и подходы», М.Отто «Современные методы аналитической химии».

Ответьте на предложенные вопросы.

1. Из каких компонентов состоит сигнал?
2. Как называются высокочастотные и низкочастотные компоненты сигнала?
3. Что такое отношение сигнал/шум?
4. Объясните смысл предельного значения частот, называемого частотой Нейквиста.
5. Поясните с помощью рисунка смысл «эффекта отождествления» частот.
6. В чем смысл преобразование Фурье? Достоинства.
7. Каким простым правилом следует руководствоваться для оптимального выбора функции сверки в методе кросс-корреляция?
8. В чем смысл развертки? Её задачи.
9. Каковы основные причины широкого применения цифровых фильтров в аналитической химии?
10. Как выглядит функция сверки, используемая в оконных фильтрах?
11. В чем состоит компромисс при выборе оптимальной ширины фильтра для сглаживания?
12. Решите предложенную задачу.

Задача 1. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	2	3	4	5	6	8	9	8	6	5	4	3

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют целевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 2. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
Исходный сигнал, усл.ед.	25	26	27	28	29	29	28	27	26	25	24	23

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют целевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
$h(k)$	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 3. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	5	6	7	8	9	9	8	7	6	5	4	3

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют целевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
$h(k)$	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 4. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Исходный сигнал, усл.ед.	10	11	12	13	14	15	15	12	11	10	9	8

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при

помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 5. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	5	6	7	8	9	10	11	11	9	8	7	6

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 6. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	0	0	1	2	3	4	5	5	5	6	7	8

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 7. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от

длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	9	8	8	7	6	5	5	4	3	2	1	1

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 8. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	12	13	14	15	16	16	15	14	13	12	11	10

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 9. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	4	5	6	7	8	8	7	6	5	4	3	2

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 10. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	9	10	11	12	13	13	14	14	13	12	11	10

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
$h(k)$	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 11. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	8	9	10	11	12	13	13	12	11	10	9	8

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют щелевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
$h(k)$	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 12. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Исходный сигнал, усл.ед.	1	2	3	4	5	5	5	4	3	2	1	1

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют целевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

Задача 13. Рассмотрим исходный сигнал (в том виде, в котором он генерируется, но не регистрируется), заданный как следующая функция от длины волны:

Длина волны, усл.ед.	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Исходный сигнал, усл.ед.	15	16	17	18	19	20	20	20	18	17	16	15

При регистрации сигнал несколько искажается. Это можно описать при помощи функции $h(x)$, характеризующий несовершенство регистрирующей аппаратуры. Такую функцию часто называют целевой или, в общем случае, аппаратной функцией:

k	-1	0	+1
h(k)	0,2	0,6	0,2

а при всех прочих k значению $h(k)=0$. В данном примере обе функции - $h(x)$ и $h(k)$ – симметричны. Рассчитайте параметры свертки.

5 Практическая работа 4. Автоматизация и электрохимических методов анализа

Цель практической работы: сделать анализ знаний студентов.

Материалы и оборудование: Золотов «Основы аналитической химии», Р.Кёльнер «Аналитическая химия. Проблемы и подходы», М.Отто «Современные методы аналитической химии».

Ответьте на вопросы:

1. Назвать виды радиоактивного излучения и привести примеры радиоактивного распада.
2. В каких единицах измеряется количество радиоактивного вещества?
3. Привести кинетическое уравнение радиоактивного распада.
4. Что называется периодом полураспада?
5. На чем основаны методы обнаружения радиоактивного излучения?
6. Как используется естественная радиоактивность в аналитических целях? Какие элементы можно определить количественно по их естественной радиоактивности?
7. В чем сущность активационного анализа? Привести примеры аналитических определений.
8. Каковы особенности относительного метода активационного анализа и метода гамма-спектропии?
9. Охарактеризовать достоинства, недостатки и области применения активационного анализа.
10. В чем сущность метода изотопного разбавления? Приведите примеры аналитических определений.
11. Какой вид имеют кривые радиометрического титрования, если: а) радиоактивное вещество титруется нерадиоактивным реагентом; б) нерадиоактивное вещество титруется радиоактивным реагентом; в) радиоактивное вещество титруется радиоактивным реагентом?
12. Как определяют растворимость малорастворимых соединений при помощи радиоактивных изотопов?
13. Как используются радиоактивные изотопы для изучения процессов соосаждения и для разработки гравиметрических методов анализа? Приведите примеры.
14. Каково значение и области применения радиохимических методов анализа? Укажите достоинства и недостатки этих методов.

Решите следующие задачи

Вариант	Номер задачи	Дополнительно
1	2	3
1	1, 2(1), 3(2), 4(3), 5, 6, 7	8
2	1, 2(2), 3(3), 4(2), 5, 6, 7	8

1	2	3
3	1, 2(3), 3(1), 4(1), 5, 6, 7	8
4	1, 2(4), 3(2), 4(3), 5, 6, 7	8
5	1, 2(1), 3(3), 4(2), 5, 6, 7	8
6	1, 2(2), 3(1), 4(1), 5, 6, 7	8
7	1, 2(3), 3(2), 4(3), 5, 6, 7	8
8	1, 2(4), 3(3), 4(2), 5, 6, 7	8
9	1, 2(1), 3(1), 4(1), 5, 6, 7	8
10	1, 2(2), 3(2), 4(3), 5, 6, 7	8
11	1, 2(3), 3(3), 4(2), 5, 6, 7	8
12	1, 2(4), 3(1), 4(1), 5, 6, 7	8
13	1, 2(1), 3(2), 4(3), 5, 6, 7	8

Задача 1. К раствору $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ добавили 0,05 мл раствора $^{59}\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ без носителя с объемной активностью $5 \cdot 10^6$ имп/(мин·мл). Часть ионов Fe^{3+} осадили 5 мл 0,06 моль/л раствора NaOH. Активность осадка составила 2500 имп/мин. Определите количество вещества сульфата железа(III) в растворе.

Задача 2. Навеску чистого пенициллина, меченного ^{14}C с активностью 4200 имп/(мин·мг), массой m (г), прибавили к исследуемому образцу. Из смеси выделили часть кристаллического пенициллина с удельной активностью S_x .

Рассчитать массу (г) пенициллина в исследуемом образце по следующим данным:

вариант	1	2	3	4
m , мг	10,0	12,0	14,0	16,0
S_x , имп/(мин·мг)	405	354	312	277

Задача 3. Для определения ртути использовали метод изотопного разбавления с субстехиометрическим выделением.

К 10,00 мл раствора, содержащего ртуть и другие металлы, добавили ^{203}Hg в количестве m_0 . Затем ввели солянокислый гидроксилламин для устранения мешающего действия окислителей, разлагающих дитизон, и экстрагировали ртуть раствором в дитизона в тетрахлориде углерода. Активность 1,00 мл органической фазы составила A_2 . Параллельно экстрагировали раствор, содержащий только ^{203}Hg , а также $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, и дитизон в тех же концентрациях. Активность 1,00 мл экстракта в этом случае составила величину A_1 .

Вычислить концентрацию (г/мл) ртути в исходном растворе по следующим данным:

вариант	1	2	3
m_0 , мкг	1,739	0,3478	0,06957
A_1 , имп/мин	35,82	15,60	3,255
A_2 , имп/мин	13,61	9,02	2,290

Задача 4. Для определения микропримесей сурьмы в свинце применили метод двукратного изотопного разбавления. Навеску свинца массой m (г) растворили в смеси азотной и винной кислоты. Полученный раствор разделили на две равные части и в каждую из них ввели различные добавки радиоактивной сурьмы (m_1 и m_2).

Свинец осадили в виде $PbCl_2$, а сурьму окислили до $Sb(V)$. К каждой порции раствора добавили субстехиометрическое количество метилвиолета. Связанную в комплекс сурьму экстрагировали толуолом и измерили активность каждой порции (A_1 и A_2).

Вычислить массовую долю (%) сурьмы в свинце по следующим данным:

вариант	1	2	3
m , г	1	5	10
m_1 , мкг	12	6	6
m_2 , мкг	24	12	12
A_1 , имп/мин	282	35	380
A_2 , имп/мин	386	42	450

Задача 5. Серебро и таллий в их смеси определили методом осадительного радиометрического титрования стандартным раствором иодида калия в присутствии изотопа ^{204}Tl . Результаты титрования приведены ниже:

$M(KI)$, мл	0,2	0,4	0,6	0,8	0,9	1,0
Активность, имп/мин	800	800	800	600	380	200

Построить кривую титрования и определить массу серебра и таллия (мг) в анализируемом растворе, если титр KI по таллию равен 0,002857, а по серебру - 0,002500 соответственно.

Задача 6. В стакан для радиометрического титрования внесли 1,00 мл исследуемого раствора, соль цинка, содержащую 0,238 мг изотопа ^{65}Zn и разные объемы (от 0,20 до 1,60 мл) 0,0287 Н. $K_4Fe(CN)_6$. После прибавления каждой порции титранта и перемешивания отбирали пробу фильтрата, измеряли активность и возвращали пробу обратно в стакан. Полученные результаты для трех титрований представлены ниже:

$V(K_4Fe(CN)_6)$, мл	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40	1,60
A_1 , имп/мин	950	820	680	570	420	280	150	0
A_2 , имп/мин	1030	910	800	680	550	440	330	200
A_3 , имп/мин	930	720	520	310	100	0	0	0

Построить кривую титрования и вычислить концентрацию (мг/мл) цинка в растворе, если активность раствора до начала титрования составляла 1150 имп/мин.

Задача 7. К 10,00 мл раствора, содержащего Ca^{2+} и Mg^{2+} , прибавили активный нитрат серебра, насыщенный раствор иодида калия и оттитровали радиокомплексометрическим методом 0,050 М раствором трилона Б (1-я проба). Другая часть раствора (10,00 мл) нагрели до 60-70 °С, осадили кальций

молибдатом калия и осадок отделили: в фильтрате радиометрически определили магний (2-я проба). Результаты титрования приведены ниже:

V(ЭДТА), мл	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40	1,60	1,80
A ₁ , имп/мин	210	210	210	210	210	210	210	210	800
A ₂ , имп/мин	210	210	210	500	1100	1100	1200	1200	1200

Вычислить концентрацию (г/мл) кальция и магния в смеси.

Задача 8. В несколько пробирок внесли по 1,00 мл раствора солей ртути (0,1 мг Hg) и цинка (0,089 мг Zn), меченного ⁶⁵Zn, по 1 мл буферного раствора, различные объемы раствора дитизона (Dz) в хлороформе и чистый хлороформ до общего объема органической фазы 2,00 мл во всех пробирках. После достижения равновесия измерили активность 1,00 мл водного слоя и 1,00 мл слоя хлороформа. Полученные результаты приведены ниже:

V(Dz), мл	A (водного слоя), имп/мин	A (слоя хлороформа) имп/мин
0,20	1960	0
0,40	1960	0
0,60	1960	0
0,80	17,20	240
1,00	1320	640
1,20	880	1080
1,40	480	1480
1,60	0	1960
1,80	0	1960

Построить кривую титрования и вычислить титр раствора дитизона: 1) по ртути; 2) по цинку.

6 Практическая работа 5. Автоматизация и хроматографических методов анализа

Цель практической работы: сделать анализ знаний студентов.

Материалы и оборудование: Золотов «Основы аналитической химии», Р.Кёльнер «Аналитическая химия. Проблемы и подходы», М.Отто «Современные методы аналитической химии».

Решите следующие задачи

Вариант	Номер задачи	Дополнительно
1	2	3
1	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
2	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
3	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
4	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
5	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
6	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
7	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
8	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
9	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
10	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
11	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
12	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
13	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
14	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11
15	1, 3, 5, 6, 7, 9, 10	11
16	2, 4, 5, 6, 8, 9, 10	11

Задача 1. Были получены хроматограммы этана, этилена и ацетилена на колонке с массой неподвижной фазы 4.267 г. Скорость газа-носителя, измеренная пенным расходомером, составила 30 мл/мин, скорость диаграммной ленты самописца 240 мм/час. Температура колонки 100 °С, температура окружающей среды 25 °С (парциальное давление паров воды при данной температуре составляет 24,5 мм.рт.ст.), атмосферное давление 758 мм.рт.ст. Расстояние от момента ввода пробы до выхода максимума пиков несорбирующегося компонента, этана, этилена и ацетилена составляет соответственно 1.2, 15.4, 13.9 и 17.2 мм. Найти значения удельных удерживаемых объёмов.

Задача 2. Были получены хроматограммы пропана, н-бутана и бутена на колонке с массой неподвижной фазы 3.812 г. Скорость газа-носителя, измеренная пенным расходомером, составила 60 мл/мин, скорость диаграммной ленты самописца 60 мм/час. Температура колонки 120 °С,

температура окружающей среды 24 °С (парциальное давление паров воды при данной температуре составляет 23,1 мм.рт.ст.), атмосферное давление 742 мм.рт.ст. Расстояние от момента ввода пробы до выхода максимума пиков несорбирующегося компонента, пропана, н-бутана и бутена составляет соответственно 2.4, 17.1, 32.1 и 29.7 мм. Найти значения удельных удерживаемых объемов.

Задача 3. Исправленное время удерживания о-ксилола при скорости газаносителя 45 мл/мин составляет 12,9 с. На той же колонке расстояние от момента ввода пробы до выхода максимума пика п-ксилола равно 13 мм (расстояние удерживания несорбирующегося компонента 3 мм) на скорости диаграммной ленты 3 см/мин. Скорость газаносителя составляла 30 мл/мин. Определить, какое вещество будет удерживаться сильнее.

Задача 4. Исправленное время удерживания пиридина при скорости газаносителя 60 мл/мин составляет 14,8 с. На той же колонке расстояние от момента ввода пробы до выхода максимума пика тиофена равно 11 мм (расстояние удерживания несорбирующегося компонента 2 мм) на скорости диаграммной ленты 1,5 см/мин. Скорость газаносителя составляла 20 мл/мин. Определить, какое вещество будет удерживаться сильнее.

Задача 5. Скорость потока несорбирующегося газаносителя (аргона) 40 см³/мин. Время удерживания аргона 30 с. Время удерживания вещества X – 4 мин. Вычислить удерживаемый объем и исправленный удерживаемый объем вещества X.

Задача 6. Расстояния, пройденные диаграммной лентой потенциометра-самописца от ввода пробы сивушного масла в хроматографическую колонку до появления максимумов хроматографических пиков № 1, 2 и 3, соответственно равны 2,16; 4,50 и 6,50 см. Скорость движения диаграммной ленты – 10 мм/мин. Времена удерживания (t_R), установленные по препаратам спиртов квалификации «хроматографически чистые», в тех же условиях составляют:

Спирт	CH ₃ OH	C ₂ H ₅ OH	C ₃ H ₇ OH	C ₄ H ₉ OH	C ₅ H ₁₁ OH	C ₆ H ₁₃ OH
t_R , с	75	90	130	270	390	480

Идентифицируйте спирты в сивушном масле.

Задача 7. Удерживаемый объем несорбирующегося компонента составляет 5,5 мл. На данной колонке расстояние удерживания метана при различных скоростях газаносителя (w) и диаграммной ленты (q) составляет:

№	1	2	3	4	5
l_R , мм	7	3,5	7	3,5	1,4
q , см/мин	6	3	3	1,5	0,6
w , мл/мин	60	60	30	30	30

Погрешность определения l_R составляет 1 мм. Другими погрешностями пренебречь. Определить, в каком случае возможен качественный анализ.

Задача 8. Удерживаемый объём несорбирующегося компонента составляет 3,8 мл. На данной колонке расстояние удерживания угарного газа при различных скоростях газа-носителя (w) и диаграммной ленты (q) составляет:

№	1	2	3	4	5
l_R , мм	5	2,5	5	1,5	0,75
q , см/мин	6	3	3	0,6	0,3
w , мл/мин	60	60	30	20	20

Погрешность определения l_R составляет 0,5 мм. Другими погрешностями пренебречь. Определить, в каком случае возможен качественный анализ метана.

Задача 9. Для построения калибровочного графика гидрохинона были взяты его стандартные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1 и 2 мг/л. Хроматографический анализ данных проб показал, что площади пиков стандартных растворов будут равны соответственно 15, 31, 74, 146 и 287 мм². Далее была взята проба неизвестной концентрации, площадь пика которой составила 43 мм². Установить концентрацию гидрохинона в неизвестной пробе.

Задача 10. Калибровочный график фенола был построен по стандартным растворам с концентрациями 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 и 0.5 мг/л. Хроматографический анализ показал, что площади пиков стандартных растворов будут равны соответственно 35, 72, 143, 212 и 358 мм². Из отходов лакокрасочных производств была отобрана проба массой 1 г., и растворена в 1 л. воды. После растворения полученный раствор подвергся хроматографическому анализу, который показал наличие пика фенола площадью 182 мм². Определить содержание фенола в отходах.

Задача 11. Для контроля содержания канцерогена бензапирен в воде 100 л речной воды пропустили через картридж для микроконцентрирования со степенью извлечения 97%. Далее, бензапирен был десорбирован 10 мкл гексана. Из полученного раствора отбиралась проба объёмом 1 мкл и вводилась в хроматограф. Был обнаружен пик бензапирена с площадью 190 мм². Калибровочный график бензапирена строился из стандартных растворов с концентрациями 0.01, 0.02, 0.05, 0.1 и 0.2 мг/л, с объёмом вводимой пробы 1 мкл. Площади их пиков будут равны соответственно 46, 93, 234, 470 и 931 мм². Определить содержание бензапирена в речной воде.

Список использованных источников

1. Основы аналитической химии. В двух книгах / Под ред. Ю.А. Золотова. М., 1996.
2. Аналитическая химия. В 3 т. / Под ред. Л.Н. Москвина. М., 2008–2010.
3. Новиков Ю.В., Ласточкина К.О., Болдина З.Н. Методы исследования воды водоемов. М., 1990. 400 с.
4. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии / Ю. Ю. Лурье. – М.: Химия, 1980. – 480 с.
5. Золотов, Ю. А. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн.1. Общие вопросы. Методы разделения: учеб. для вузов / Ю. А. Золотов, Е. Н. Дорохова В. И. Фадеева и др.; под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высш. шк., 1999. – 351 с.; Кн. 2. Методы химического анализа. – М.: Высш. шк., 1999. – 494 с.
6. Скуг, Д. Основы аналитической химии. Т. 1.: [пер. с англ.] / Д. Скуг, Д. Уэст. – М.: Мир, 1979. – 480 с.
7. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учеб. пособие для вузов / В. И. Фадеева, Ю. А. Барбалат, А. В. Гармаш и др.; под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – 412 с.
8. Дорохова, Е. Н. Задачи и вопросы по аналитической химии / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Мир, 2001. – 267 с.
9. Васильев, В. П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа: учеб. для вузов / В. П. Васильев. – М.: Дрофа, 2002. – 368 с.
10. Васильев, В. П. Аналитическая химия: сборник вопросов, упражнений и задач: пособие для вузов / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова; под ред. В. П. Васильева. – М.: Дрофа, 2003. – 320 с.
11. Дорохова, Е. Н. Задачи и вопросы по аналитической химии: практ. пособие / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Изд-во МГУ, 1984. – 216 с.
12. Воскресенский, А. Г. Сборник задач и упражнений по аналитической химии / А. Г. Воскресенский и др. – М.: Просвещ., 1985. – 174 с.
13. Клещев, Н. Ф. Задачник по аналитической химии / Н. Ф. Клещев и др. – М.: Химия, 1993. – 224 с.
14. Толстоусов, В. Н. Задачник по количественному анализу / В. Н. Толстоусов, С. М. Эфрос. – Л.: Химия, 1986. – 160 с.
15. Харитонов, Ю. А. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн.1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учеб. для вузов / Ю. А. Харитонов. – М.: Высш. шк., 2001. – 615 с.; Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высш. шк., 2003. – 559 с.
16. Цитович, И. К. Курс аналитической химии / И. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1977. – 330 с.; М.: Высш. шк., 1994. – 495 с.
17. Бончев, П. Р. Введение в аналитическую химию / П. Р. Бончев. – Л.: Химия, 1978. – 487 с.
18. Дерффель, К. Статистика в аналитической химии: [пер. с нем.] / К. Дерффель. – М.: Мир, 1994. – 247 с.