



Министерство образования и науки Украины
Севастопольский национальный технический университет

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к лабораторной работе
**«Анализ однокомпонентных систем
фотометрическим методом. Определение
концентрации вещества в растворе с помощью
градуировочного графика»**

по дисциплине **«Физико-химический анализ в экологии»**
для студентов специальности 7.070801
«Экология и охрана окружающей среды»
очной и заочной форм обучения

Севастополь
2005

УДК 504.06(075.8)

Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом
Определение концентрации вещества в растворе с помощью градуировочного графика: Методические указания к лабораторной работе по дисциплине «Физико-химический анализ в экологии»/ Сост. Г.А. Сирора, Е.В. Добровольская. – Севастополь: Изд-во Сев НТУ, 2005. –12 с.

Целью методических указаний является оказание помощи студентам в выполнении лабораторной работы по фотометрическому определению концентрации вещества в растворе методом градуировочного графика на примере определения железа(III) сульфосалициловой кислотой. Приведены основные теоретические сведения, указан порядок выполнения лабораторной работы и требования к отчету.

Методические указания предназначены для студентов дневной и заочной форм обучения, обучающихся по специальности 7.070801 «Экология и охрана окружающей среды».

Методические указания рассмотрены и утверждены на заседании кафедры «Прикладная экология и охрана труда» СевНТУ (протокол №5 от 28 декабря 2004 г)

Допущено учебно-методическим центром СевНТУ в качестве методических указаний.

Рецензент: Е.А. Борисова, доцент кафедры ПЭОТ



СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
1. Краткие теоретические сведения	4
2. Оборудование и реактивы.....	7
2.1. Оборудование	7
2.2. Реактивы	7
3. Порядок выполнения экспериментальных исследований	7
4. Порядок выполнения работы	8
5. Содержание отчета о выполнении лабораторной работы	9
6. Контрольные вопросы	9
Библиографический список	10

Цель работы: применение теоретических знаний по молекулярной спектроскопии для освоения методик работы на фотоэлектроколориметре. Использование основного закона светопоглощения для экспериментального определения содержания металлов в воде.

ВВЕДЕНИЕ

В лабораторной работе «Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом. Выбор оптимальных условий для фотометрического определения» вы познакомились с принципом метода фотометрического определения концентрации вещества в растворе и экспериментально подобрали оптимальную длину волны и оптимальные размеры кюветы для определения содержания вещества в растворе. В данной лабораторной работе будут рассмотрены основные приемы фотометрических измерений. В результате выполнения работы будет экспериментально определено содержание железа(III) методом градуировочного графика.

1. КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

В фотометрическом анализе используется поглощение электромагнитного излучения в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра. Наибольшее распространение получили фотометрические методы анализа, основанные на поглощении в видимой области спектра, т.е. в интервале длин волн 400 - 780 нм. Это объясняется возможностью получения множества интенсивно окрашенных органических и неорганических соединений, пригодных для их фотометрического определения в видимой области спектра с помощью достаточно простых и относительно недорогих приборов.

Химические реакции, используемые в фотометрическом анализе, несмотря на различие в их химизме, должны обязательно сопровождаться возникновением или ослаблением светопоглощения раствора. Как и каждая реакция, используемая в количественном анализе, цветная реакция должна протекать избирательно, быстро и полностью воспроизводимо. Кроме того, окраска образующейся аналитической формы, должна быть устойчивой во времени и к действию света, а поглощение раствора, несущее информацию о концентрации поглощающего вещества, должно подчиняться физическим законам, связывающим поглощение и концентрацию, конкретно закону Бугера – Ламберта – Бера [1].



Основными приемами при проведении фотометрических измерений являются: метод градуировочного графика, метод молярного коэффициента поглощения, метод добавок, метод дифференциальной фотометрии.

Метод градуировочного графика основан на построении кривой на осях координат. Причем на оси абсцисс откладывают концентрацию c нескольких эталонных растворов, а по оси ординат значение оптической плотности A для каждого эталонного раствора и строят кривую (смотрите рисунок 1).

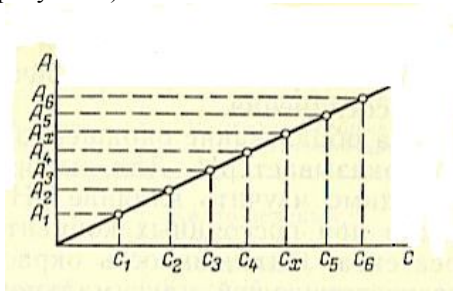


Рисунок 1 – Градуировочный график – зависимость оптической плотности от концентрации раствора

При выбранной длине волны и толщине слоя раствора измеряют оптические плотности стандартных растворов, а, измерив затем оптическую плотность A_x исследуемого раствора, по градуировочному графику находят его концентрацию c_x .

При отклонениях от закона Бугера-Ламберта-Бера, т.е. при нарушении линейной зависимости A от c , число точек на графике должно быть увеличено.

Применение градуировочных графиков является наиболее распространенным и точным методом фотометрических измерений. Основные ограничения метода связаны с трудностями приготовления эталонных растворов и учетом влияния так называемых третьих компонентов, т. е. компонентов, которые находятся в пробе, сами не определяются, но на результат влияют.

Метод молярного коэффициента поглощения. При работе по этому методу определяют оптическую плотность нескольких стандартных растворов A_{CT} , для каждого раствора рассчитывают $\varepsilon = \frac{A_{CT}}{l \cdot c_{CT}}$ и

полученное значение ε усредняют. Затем измеряют оптическую плотность анализируемого раствора A_x и рассчитывают концентрацию по формуле

$$c_x = \frac{A_x}{\varepsilon \cdot l}.$$

Ограничением метода является обязательное подчинение анализируемой системы закону Бугера -Ламберта - Бера, по крайней мере, в области исследуемых концентраций.

Метод добавок. Этот метод применяют при анализе растворов сложного состава, так как он позволяет автоматически учесть влияние «третьих» компонентов. Сущность его заключается в следующем. Сначала определяют оптическую плотность A_x анализируемого раствора, содержащего определяемый компонент неизвестной концентрации c_x , а затем в анализируемый раствор добавляют известное количество определяемого компонента c_{CT} и вновь измеряют оптическую плотность A_{x+CT} .

Оптическая плотность A_x анализируемого раствора равна

$$A_x = \varepsilon l c_x,$$

а оптическая плотность анализируемого раствора с добавкой стандартного

$$A_{x+CT} = \varepsilon l (c_x + c_{CT}).$$

Отсюда находим концентрацию анализируемого раствора

$$c_x = c_{CT} \frac{A_x}{A_{x+CT} - A_x}.$$

Метод дифференциальной фотометрии. Фотометрирование интенсивно окрашенных растворов успешно осуществляется методом дифференциальной фотометрии. В обычной фотометрии сравнивается интенсивность света I_x , прошедшего через анализируемый раствор неизвестной концентрации, с интенсивностью света I_0 , прошедшего через растворитель.

В дифференциальной фотометрии второй луч света проходит не через растворитель, а через окрашенный раствор известной концентрации - так называемый раствор сравнения концентрации $c_{ср}$.

Таким образом, дифференциальная фотометрия существенно расширяет область концентраций, доступную для точных фотометрических измерений. Кроме того, точность некоторых методик дифференциальной фотометрии превышает точность методик обычной фотометрии.



2. ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

2.1. Оборудование

В лабораторной работе используется следующее оборудование:

- фотоколориметр КФК-3;
- колбы мерные вместимостью 50 мл, 100 мл, 500 мл, 1л;
- цилиндры мерные вместимостью 50 мл.

2.2. Реактивы

Для выполнения лабораторной работы необходимы следующие реактивы:

- раствор $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$;
- 2 М раствор H_2SO_4 ;
- сульфосалициловая кислота.

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Метод основан на реакции образования окрашенного комплекса Fe (III) с сульфосалициловой кислотой, смотрите часть 1 методических указаний «Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом».

3.1. Приготовление стандартных растворов.

Готовят пять стандартных растворов, содержащих 2, 4, 6, 8, 10 $кг/м^3$ железа. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 мл переносят 1,0 мл, 2,0 мл, 3,0 мл, 4,0 мл, 5,0 мл рабочего раствора соли железа (III), добавляют до 30 мл 0,01 М раствора сульфосалициловой кислоты. Объем каждого раствора доводят до 50 мл дисциллированной водой и через 600 секунд приступают к измерениям. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

3.2. Выбор длины волны и размер кюветы проводят по методикам, описанным в лабораторной работе «Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом. Выбор оптимальных условий для фотометрического определения».

3.3. Построение градуировочного графика. На выбранной длине волны фотометрируют все стандартные растворы относительно раствора сравнения. Каждое измерение повторяют три раза. Результаты

измерений по средним величинам сводят в таблицу 1. По этим данным строят график зависимости

$$A_{cp} = f(c),$$

где A_{cp} – оптическая плотность;
 c – концентрация железа в растворе, $кг/м^3$

Таблица 1 – Результаты измерений оптической плотности

Оптическая плотность	Концентрация железа, $кг/м^3$					
	2	4	6	8	10	проба
A_1						
A_2						
A_3						
A_{cp}						

3.4. Контрольная задача. Получают у преподавателя раствор железа неизвестной концентрации. К анализируемому раствору, содержащему соль Fe (III), приливают 30 мл раствора сульфосалициловой кислоты. Потом доводят объем раствора до 50 мл дисциллированной водой. Приготовленный раствор фотометрируют на выбранной длине волны через 600 секунд относительно раствора сравнения. Измерение повторяют три раза и по среднему значению оптической плотности, пользуясь графиком зависимости $A_{cp} = f(c)$, находят концентрацию Fe (III) в анализируемом растворе.

4. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 4.1. Изучить теоретические сведения, представленные в методических указаниях и лекциях.
- 4.2. Начертить таблицу 1 в лабораторном журнале.
- 4.3. Выполнить экспериментальные исследования (см. пункт 3).
- 4.4. Занести результаты измерений в таблицу 1.
- 4.5. Вычислить средние значения оптической плотности A_{cp} .
- 4.6. Построить график зависимости $A_{cp} = f(c)$.
- 4.7. Выполнить контрольную задачу (см. пункт 3.4.). Вычислить



среднее значение оптической плотности A_{cp} для анализируемого раствора.

- 4.8. Зная значение A_{cp} для анализируемого раствора по графику зависимости $A_{cp} = f(c)$ найти значение концентрации Fe (III) в растворе.
- 4.9. Сделать выводы по лабораторной работе о полученном значении концентрации Fe (III) в растворе.

5. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА О ВЫПОЛНЕНИИ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

- 5.1. Название и цель лабораторной работы.
- 5.2. Краткая характеристика метода анализа.
- 5.3. Таблица 1 с результатами измерений оптической плотности.
- 5.4. График зависимости $A_{cp} = f(c)$.
- 5.5. Вывод по лабораторной работе о полученном значении концентрации Fe (III) в анализируемом растворе.

6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 6.1. В чем сущность фотометрического метода анализа?
- 6.2. В чем сущность метода градуировочного графика и каковы его особенности?
- 6.3. В чем сущность метода молярного коэффициента поглощения?
- 6.4. В чем сущность метода добавок?
- 6.5. В чем сущность метода дифференциальной фотометрии?
- 6.6. В каком случае вода не может быть использована в качестве раствора сравнения при измерении светопропускания?
- 6.7. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения?
- 6.8. Какие факторы влияют на молярный коэффициент поглощения:
- длина проходящего света;
 - температура;
 - концентрация раствора;
 - природа вещества?
- 6.9. На чем основан метод определения концентрации Fe (III) в растворе?

- 6.10. Какой из вариантов фотометрического метода следует выбрать, если главным требованием к анализу элемента является:
- быстрота выполнения анализа;
 - высокая точность при оптимальном содержании элемента;
 - учет влияния фона (третьих компонентов)?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн.: Кн. 2:Физико-химические методы анализа.-М.:Дрофа, 2003.-384 с.
2. Основы аналитической химии/Под ред. Ю.А.Золотова. В 2-х т.- М.: Высш.шк., 2002.
3. Основы аналитической химии. Практическое руководство/В.И.Фадеева, Т.Н.Шеховцева, В.М.Иванов и др.-М.: Высш.шк., 2003. – 463 с.



