

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«СЕВАСТОПОЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Политехнический институт

**АНАЛИЗ ОДНОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.
ВЫБОР ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ
ДЛЯ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

Методические указания
к выполнению лабораторной работы
по дисциплине «Физико-химические процессы в техносфере»
для студентов направления 20.03.01
«Техносферная безопасность»
очной и заочной форм обучения

Севастополь
СевГУ
2019

УДК 504.06(075.8)

А64

Рецензент:

С.М. Братан - доктор технических наук, профессор кафедры
«Технологии машиностроения».

Составители: Г.А. Сигора, Т.Ю. Хоменко

**А64 Анализ однокомпонентных систем фотометрическим методом.
Выбор оптимальных условий для фотометрического определения:**
метод. указания к выполнению лабораторной работы для студентов
направления подготовки 20.03.01 «Техносферная безопасность» по
дисциплине «Физико-химические процессы в техносфере» / Сост.
Г.А. Сигора, Т.Ю. Хоменко. – Севастополь: СевГУ, 2019. – 18 с.

Целью методических указаний является оказание помощи студентам в выполнении лабораторной работы по фотометрическому определению концентрации вещества в воде на примере определения железа (III). 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 20.03.01 «Техносферная безопасность».

УДК 504.06(075.8)

Методические указания рассмотрены и утверждены на заседании кафедры «Техносферная безопасность», протокол № 6 от 30 января 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1.Краткие теоретические сведения	5
2. Описание лабораторной установки	123
2.1. Принцип действия фотометра КФК-3	133
2.2. Порядок работы с фотометром	155
3. Порядок выполнения экспериментальных исследований	166
4. Порядок выполнения работы	177
5. Содержание отчета о выполнении лабораторной работы	177
6.Контрольные вопросы	188
Библиографический список.....	188

Цель работы: ознакомление с одним из наиболее распространенных в методах количественного определения вещества в исследуемом растворе на примере определения железа. Выбор оптимальных условий для фотометрического определения.

ВВЕДЕНИЕ

При взаимодействии электромагнитного излучения с веществом возникают различные эффекты. В зависимости от характера возникающих изменений выделяется несколько видов фотометрии (колориметрия, нефелометрия, турбидиметрия, флуориметрия, рефрактометрия, поляриметрия и др.). Фотометрический метод (или метод молекулярной абсорбционной спектроскопии) получил самое широкое распространение среди физико-химических методов анализа для количественного определения микроэлементов в природных и сточных водах, в биологических объектах, загрязнений воздуха.

1. КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Характеристика метода. Методы абсорбционной молекулярной спектроскопии (фотометрические) имеют высокую чувствительность (низкий предел обнаружения), они избирательны и точны. Методы могут быть применены для анализа больших и малых содержаний, но особенно ценной их особенностью является возможность определения примесей (до 10^{-5} – $10^{-6}\%$). Большое значение имеет избирательность многих фотометрических методов, позволяющая проводить определения элементов в сложных пробах без химического разделения компонентов. Погрешность фотометрических методов обычно составляет 35%, уменьшаясь в благоприятных случаях до 1-2% [1].

Принцип метода. Метод анализа основан на измерении светопоглощения монохроматических (со строго определенной длиной волны) излучений однородной, нерассеивающей системой в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях.

Изменение интенсивности света при прохождении через образец может быть вызвано светопоглощением не только определяемого вещества, но и других компонентов (в частности, растворителя), а также рассеянием, отражением и т.д. Чтобы исключить влияние светорассеяния, фотометрируемый раствор должен быть прозрачным. Прочие эффекты можно скомпенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта (содержащий все компоненты, кроме определяемого). Чтобы учесть потери света на отражение и рассеяние, сравнивают интенсивности света, прошедшего через исследуемый раствор и растворитель (рисунок 1).

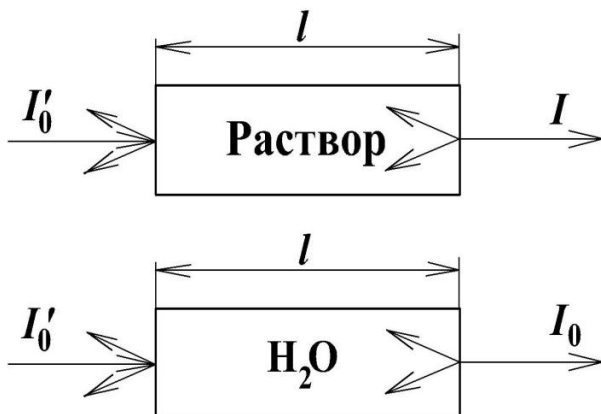


Рисунок 1— Прохождение света через окрашенный раствор и растворитель (чаще, но не всегда – дистиллированная вода, зависит от свойств матрицы)

При одинаковой толщине слоя в кюветах (сосудах с плоскими параллельными прозрачными гранями) из одинакового материала, содержащих один и тот же растворитель, потери на отражение и рассеяние света будут примерно одинаковы у обоих пучков, и уменьшение интенсивности света будет зависеть от концентрации вещества.

Уменьшение интенсивности света при прохождении его через раствор подчиняется **закону Бугера—Ламберта—Бера**: интенсивность света, прошедшего через раствор равна интенсивности света, прошедшего через растворитель, умноженной на экспоненту в степени минус коэффициент пропускания, длина пути и концентрация раствора.

$$I = I_0 e^{-klc}, \quad (1)$$

где k — коэффициент поглощения света (коэффициент светопоглощения), e — основание натуральных логарифмов; l — толщина светопоглощающего слоя; c — концентрация раствора.

Уменьшение интенсивности света, прошедшего через раствор, характеризуется коэффициентом пропускания (или просто пропусканием) T :

$$T = I/I_0,$$

где I и I_0 — соответственно интенсивности света, прошедшего через раствор и растворитель.

Таким образом, из (1) следует, что $T = e^{-klc}$, прологарифмируем обе части уравнения:

$$-\ln T = klc,$$

Взятый с знаком минус десятичный логарифм T называется оптической плотностью (погашением, экстинкцией) A

$$-\lg T = A = klc/2,3. \quad (2)$$

Величину $k/2,3$ принято называть коэффициентом экстинкции (погашения) и обозначать ε .

Физический смысл ε становится ясным, если принять $l = 1$ см и $c = 1$ моль/л, тогда $A = \varepsilon$. Следовательно, коэффициент поглощения (экстинкции, погашения) равен оптической плотности одномолярного раствора при толщине слоя 1 см. Величину ε называют молярным коэффициентом погашения, или молярным коэффициентом экстинкции, если концентрация c выражена в единицах моль/л, а толщина поглощающего слоя l — в см (оптическая плотность A — безразмерная величина). Молярный коэффициент экстинкции измеряют в единицах л·моль⁻¹·см⁻¹.

В количественном анализе обычно используется логарифмическая формула основного закона светопоглощения:

$$A = \epsilon l c, \quad (3)$$

согласно которому существует прямо пропорциональная зависимость между концентрацией вещества в окрашенном растворе и степенью поглощения лучей света данным раствором. Интенсивность поглощения света зависит не только от количества и природы растворенного вещества, но и от толщины слоя раствора, длины волны падающего света, температуры раствора.

Коэффициент ϵ зависит от природы вещества, растворителя, длины волны (частоты) излучения и имеет размерность, обратную произведению размерностей l и c .

Ограничения и условия применимости закона светопоглощения

В соответствии с выражением (3) зависимость оптической плотности от концентрации графически выражается прямой линией, выходящей из начала координат. Опыт показывает, однако, что линейная зависимость наблюдается не всегда (рисунок 2).

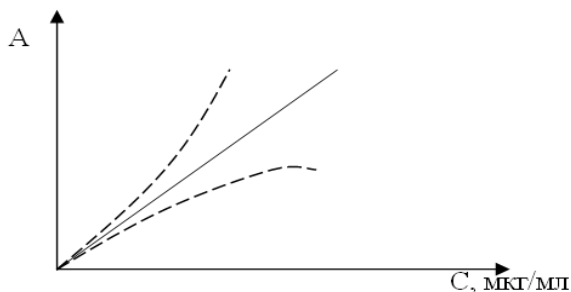


Рисунок 2 — Отклонения от закона Бугера — Ламберта — Бера (пунктирные кривые)

При практическом применении закона Бугера—Ламберта—Бера необходимо учитывать следующие ограничения.

1. Закон справедлив для монохроматического света (для электромагнитного излучения с определенной длиной волны). Чтобы отметить это ограничение, в уравнение (3) вводят индексы и записывают его в виде:

$$A_{\lambda} = \epsilon_{\lambda} l c \quad (4)$$

Индекс λ указывает, что величины A и ϵ относятся к монохроматическому излучению с длиной волны λ .

2. При больших концентрациях поглощающих частиц между ними происходят электростатические взаимодействия. В результате этого оптическая плотность перестает быть прямо пропорциональна концентрации. В разбавленных растворах электростатические взаимодействия пренебрежимо малы. Поэтому измерения стараются проводить в растворах с концентрацией определяемого вещества не выше 0,01 М.

3. Коэффициент ε в уравнении (4) зависит от показателя преломления среды.

Более точное уравнение закона Бугера—Ламберта—Бера имеет вид:

$$A = \varepsilon \frac{n}{(n^2 + 2)^2} lc,$$

где n — показатель преломления.

Если концентрация раствора сравнительно невелика, его показатель преломления остается таким же, каким он был у чистого растворителя, и отклонений от закона по этой причине не наблюдается.

Изменение показателя преломления в высококонцентрированных растворах может явиться причиной отклонений от основного закона светопоглощения.

4. Температура при измерениях должна оставаться постоянной хотя бы в пределах нескольких градусов.

5. Пучок света должен быть параллельным.

6. Не должно происходить сдвига химического равновесия под влиянием температуры, ионной силы, pH и др.

7. Интенсивность рассеянного света, возникающего в оптической системе прибора, должна быть сведена до минимума за счет ограничений при изменении ширины щели в разных участках спектра.

На практике обычно вначале на основании измерения оптической плотности эталонных растворов с известной концентрацией данного вещества устанавливают пределы изменения концентраций, для которых выполняется основной закон светопоглощения (т.е. соблюдается линейность графика зависимости $A=f(c)$), после чего уже проводят измерения оптической плотности анализируемых растворов именно в данном интервале концентраций и тех же условиях.

При выводе основного закона светопоглощения не делалось никаких предположений ни о природе поглощающей среды, ни о характере поглощаемого излучения. Поэтому этот закон универсален для спектроскопических методов исследования.

Анализ однокомпонентных систем методом фотометрии

Основными операциями количественных методик являются следующие:

1. Растворение пробы и перевод определяемого компонента в окрашенное (светопоглощающее) соединение.

2. Разложение монохроматором света от источника освещения на отдельные спектральные компоненты, направляемые на кювету с определяемым веществом или раствором сравнения. Выбор оптимальных условий фотометрического определения.

Условия проведения реакции должны обеспечивать полноту образования светопоглощающего соединения и выполнение основного закона светопоглощения в широком диапазоне концентраций. Для получения воспроизводимых и надежных результатов при выполнении фотометрических определений следует также оптимизировать условия измерения светопоглощения образующегося соединения. Оптимизация условий фотометрических измерений предполагает:

- выбор длины волны (спектрального диапазона);
- выбор толщины кюветы;
- нахождение области линейности определяемых концентраций.

3. Определение оптической плотности анализируемого и стандартных растворов. Построение градуировочного графика и использование других приемов для определения интересующего компонента.

В методических указаниях к данной лабораторной работе выполняются пункты 1 и 2: перевод определяемого компонента в окрашенное состояние и подбор оптимальных условий для фотометрии. Построение градуировочного графика и определение концентрации вещества в контрольном растворе описано в других методических указаниях.

При проведении растворения необходимо перевести в раствор все определяемые компоненты и не допустить их потерь за счет уноса при нагревании или выполнении других операций, связанных с растворением. Из полученного многокомпонентного раствора путем операций разделения (осаждения, экстракции и т. д.) выделяют анализируемый компонент и переводят его в окрашенное соединение.

Вещества, имеющие интенсивные полосы поглощения ($\epsilon \geq 10^3$), определяют по их собственному поглощению. (Например, некоторые неорганические ионы Cl^- , Br^- , OH^- , NO_2^- , NO_3^- , MnO_4^- , I^- , SH^- и т.д.; бензол). При определении веществ, имеющих слабо интенсивные полосы поглощения, а также веществ, не обладающих собственным светопоглощением в доступном спектральном диапазоне в УФ и видимой области спектра, используют химические реакции, сопровождающиеся образованием или разрушением светопоглощающих соединений. Эти реакции называются фотометрическими. При определении неорганических веществ чаще всего используют реакции комплексообразования с неорганическими и, особенно, с органическими реагентами. Таким образом определяют содержание железа, цинка, меди, хрома,

кадмия, кобальта, молибдена, цезия и т.п. При определении органических веществ обычно прибегают к реакциям синтеза интенсивно окрашенных соединений (азотосоединения, полиметиновые и хинониминовые красители и т.д.).

Основное требование к фотометрическим реакциям: они должны протекать быстро, количественно, избирательно. Светопоглощение образующихся в результате фотохимических реакций веществ должно подчиняться основному закону светопоглощения и быть постоянным во времени.

Рассмотрим операцию 1 на примере определения железа(III) сульфосалициловой кислотой.

Железо (III) образует с сульфосалициловой кислотой, в зависимости от кислотности раствора, ряд окрашенных комплексов. При pH 1,8 – 2,5 образуется красно-фиолетовый катионный комплекс, имеющий полосу поглощения с $\lambda_{\max} = 510 \text{ нм}$ и $\varepsilon_{\max} = 1,8 \cdot 10^3$.

При увеличении pH до 4 – 8 раствор приобретает красно-бурюю окраску.

В щелочных средах ($9 < \text{pH} < 11,5$) образуется комплекс желтого цвета с полосой поглощения $\lambda_{\max} = 416 \text{ нм}$ и $\varepsilon_{\max} = 5,8 \cdot 10^3$. При pH > 12 происходит его разложение с выпадением в осадок гидроксида железа.

В практике молекулярного абсорбционного анализа применяют комплексы, образующиеся в кислой и щелочной средах. Моносальфосалицилатный комплекс используют для определения Fe(III) в присутствии Fe(II), магния, марганца, меди, алюминия, редкоземельных элементов. Фториды мешают определению Fe(III).

В щелочной среде вследствие легкой окисляемости Fe(II) в Fe(III) с помощью сульфосалициловой кислоты можно определить сумму Fe(II) и Fe(III). Фторид – ионы не мешают определению железа сульфосалициловой кислотой в щелочной среде.

Длина волны.

Спектр — это зависимость интенсивности поглощения или испускания электромагнитного излучения от энергии или длины волны.

Строение молекул и свойства их энергетических уровней проявляются в молекулярных спектрах - спектрах излучения (поглощения), возникающих при квантовых переходах между уровнями энергии молекул. Спектр излучения молекулы определяется структурой ее энергетических уровней и соответствующими правилами отбора (например, изменение квантовых чисел, соответствующих как колебательному, так и вращательному движению, должно быть равно ± 1). При разных типах переходов между уровнями возникают различные типы молекулярных спектров. Частоты спектральных линий, испускаемых молекулами, могут соответствовать переходам с одного электронного уровня на другой (электронные спектры) или с одного колеба-

тельного (вращательного) уровня на другой (*колебательные (вращательные) спектры*).

Кроме того, возможны и переходы с одними значениями $E_{\text{кол}}$ и $E_{\text{вращ}}$ на уровни, имеющие другие значения всех трех компонентов, в результате чего возникают *электронно-колебательные* и *колебательно-вращательные спектры*. Поэтому спектр молекул довольно сложный. На рисунке 3 показаны некоторые молекулярные спектры веществ.

Молекулярные спектры применяются для исследования строения и свойств молекул, используются в молекулярном спектральном анализе, лазерной спектроскопии, квантовой электронике и т.д.

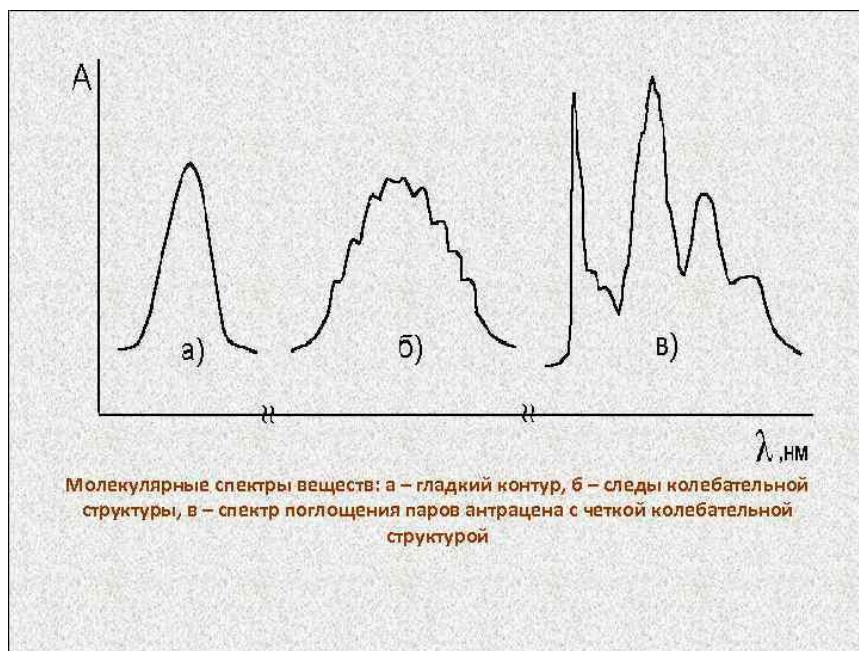


Рисунок 3 – Примеры молекулярных спектров веществ

При определении в растворе одного светопоглощающего вещества аналитическую длину волны, как правило, выбирают на максимуме полосы поглощения. Если в спектре имеется несколько полос, выбор обычно останавливают на наиболее интенсивной, так как работа в области максимума светопоглощения обеспечивает наиболее высокую чувствительность определения. Плоские максимумы более предпочтительны, так как при этом меньше ска-

зывается погрешность в установлении длины волны, чем в случае острых максимумов или крутоспадающих участков кривой. Желательно также, чтобы чувствительность приемника излучения в области аналитической длины волны была максимальной. Однако практическая реализация этого условия затруднена, так как конструкция обычных фотометрических приборов предусматривает не более двух фотоэлементов.

Светопропускание (оптическая плотность)

Измерительное устройство фотометрического прибора обычно имеет постоянную ошибку ΔT в величине коэффициента пропускания T во всем интервале его значений. Ошибка в единицах оптической плотности ΔA в связи с этим во всем интервале не будет одинакова. Поэтому при решении некоторых задач удобнее оперировать с коэффициентом пропускания, а не с оптической плотностью.

Толщина светопоглощающего слоя

Логарифмическое уравнение закона Бугера-Ламберта-Бера показывает, что чем больше толщина слоя, тем больше оптическая плотность и, следовательно, тем более чувствительным будет определение при прочих равных условиях. Однако с увеличением толщины слоя (длины оптического пути) возрастают потери на рассеяние света, особенно при работе с растворами. Кюветы с толщиной слоя большей, чем 5 см для фотометрии растворов обычно не применяются.

Определение оптической плотности

Поглощение исследуемого раствора обычно измеряют относительно растворителя, поглощение которого условно принимают равным нулю. *Раствор сравнения должен представлять собой либо чистый растворитель, если измеряемый раствор состоит только из растворителя и растворенного определяемого вещества, либо растворитель, содержащий все те же компоненты и в тех же количествах, что и измеряемый раствор, за исключением определяемого вещества.*

Фотометрические измерения лучше проводить сразу же после приготовления растворов (если методика не предусматривает соблюдение других условий) и достаточно быстро, так как при продолжительном нахождении в кюветном отделении кюветы с растворами нагреваются - при этом возможно появление мелких пузырьков воздуха на стенках кюветы, что искажает результаты фотометрических измерений и повышает их ошибку.

Точность фотометрических методов зависит от индивидуальных особенностей фотометрической реакции, характеристик применяемого прибора и других факторов и изменяется в довольно широких пределах.

2. ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ

2.1. Принцип действия фотометра КФК-3

Принцип действия фотометра основан на сравнении светового потока I_o , прошедшего через растворитель или контрольный раствор, по отношению к которому производится измерение, и светового потока I , прошедшего через исследуемую среду.

Световые потоки I_o и I фотоприемником преобразуются в электрические сигналы, которые обрабатываются микро-ЭВМ фотометра и представляются на цифровом табло в виде коэффициента пропускания, оптической плотности, скорости изменения оптической плотности, концентрации.

Коэффициент пропускания (T) исследуемого раствора определяется как отношение потоков или сигналов

$$T = \frac{I}{I_o} \cdot 100\% \quad (2)$$

Оптическая плотность (A)

$$A = \lg \frac{1}{T} \quad (3)$$

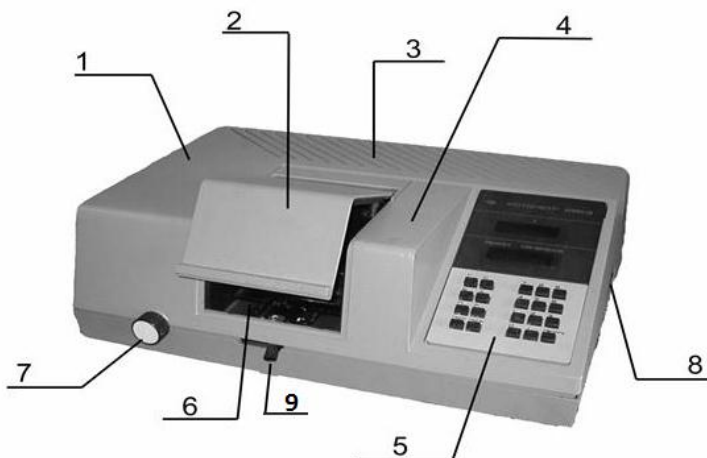


Рисунок 4 – Общий вид фотометра КФК-3

На рисунке 4 изображен общий вид фотометра, где:

- 1 – кожух;
- 2 – крышка, служит для закрытия кюветного отделения;
- 3 – блок питания;
- 4 – кюветное отделение;
- 5 – клавиатура;
- 6 – монохроматор;
- 7 – ручка, служит для поворота дифракционной решетки через синусный механизм и установки требуемой длины волны в нанометрах;
- 8 – тумблер «сеть»;
- 9 – рукоятка, служит для введения в световой пучок одной или другой кюветы поворотом до упора влево или вправо;

Клавиатура фотометра состоит из 16 клавиш, предназначенных для выполнения следующих задач: выбора режима работы, ввода в память МПС цифровой информации, проведения измерений. Назначение клавиш:

«D» - многофункциональная:

- выбор режимов работы в «прямой» последовательности:

T – измерение коэффициента пропускания;

A - измерение оптической плотности;

C - измерение концентрации.

«#» - многофункциональная:

- градуировка фотометра по «холостой пробе» (растворитель или контрольный раствор);

- перевод МПС в режим измерений оптических плотностей стандартных растворов.

«C» - выбор режимов работы в обратной последовательности.



Рисунок 5 – Вид фотометра с открытой крышкой кюветного отделения

2.2. Порядок работы с фотометром

2.2.1. Установить фотометр на рабочем месте. Следить за тем, чтобы на фотометр не попадали прямые солнечные лучи.

2.2.2. Тумблер «СЕТЬ» установить в выключенном положении. Закрыть крышку кюветного отделения.

2.2.3. Подсоединить фотометр к сети 220 В и включить тумблер «СЕТЬ».

2.2.4. Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме:

- на индикаторе отображается сообщение «ПРОГРЕВ ПРИБОРА» и показания времени (обратный отчет), шифр фотометра;

- по истечении 1 минуты на индикаторе отображается надпись «Автоградуировка», при этом автоматически учитывается «нулевой отсчет», включается источник излучения; на индикаторе отображается значение длины волны « $\lambda = XXX.X \text{ нм}$ » и показания таймера;

- по истечению 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на индикаторе отображается надпись «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ»;

- *для установления рабочего режима и обеспечения стабильной работы фотометр необходимо выдержать не менее 30 минут с момента включения.*

- *при работе в диапазоне длин волн 315-450 нм перед измерениями фотометр необходимо выдерживать не менее 5 минут при закрытой крышке кюветного отделения.*

2.2.7. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.

2.2.8. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» (растворителем или контрольным раствором) и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее (среднее) гнездо.

Ручку перемещения кювет максимально выдвинуть, установив кюветодержатель в фиксированное положение – при этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой».

Закрыть крышку кюветного отделения.

2.2.9. Клавишей выбора режима «D» («C») выбрать режим измерения «Т – КОЭФФИЦИЕНТ ПРОПУСКАНИЯ» («А - оптическая плотность»). Нажать клавишу «#». На индикаторе должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3-5 с данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», «Т = $100,0 \pm 0,2 \%$ » («А = $0,000 \pm 0,002$ »).

Если значение «100» («0,000») отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

2.2.10. Ручку перемещения кювет вдвинуть, установив кюветодержатель в крайнее (среднее) фиксированное положение. При этом в световой пучок

вводится кювета с исследуемым раствором. На индикаторе отображается значение коэффициента пропускания в % (оптической плотности) исследуемого раствора.

2.2.11. Операции 2.2.7 – 2.2.10 повторить три раза. Значение коэффициента пропускания (оптической плотности) исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

2.2.12. Для построения спектральной кривой оптической плотности образца, измерения провести по методике, изложенной в пунктах 2.2.4.- 2.2.8.

2.2.13. Построить спектральную кривую оптической плотности исследуемого раствора, откладывая по горизонтальной оси длины волн в нанометрах, а по вертикальной – оптическую плотность.

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

3.1. Анализ вещества в растворе

Для анализа вещества в растворе необходимо предварительно выполнить ряд подготовительных операций в следующей последовательности: подготовка пробы к анализу; выбор кюветы; выбор длины волны.

3.1.1. В соответствии с вариантом, готовят стандартный раствор:

- I вариант – раствор, содержащий 100 мкг железа в 25 мл;
- II вариант – раствор, содержащий 150 мкг железа в 25 мл;
- III вариант – раствор, содержащий 300 мкг железа в 25 мл.

Для этого в мерные колбы вместимостью 50 мл, в соответствии с вариантом, переносят:

- I вариант – 1 мл рабочего раствора соли железа (III) и добавляют 15 мл 0,01 М раствора сульфосалициловой кислоты;
- II вариант – 1,5 мл рабочего раствора соли железа (III) и добавляют 15 мл 0,01 М раствора сульфосалициловой кислоты;
- III вариант – 2 мл рабочего раствора соли железа (III) и добавляют 15 мл 0,01 М раствора сульфосалициловой кислоты.

Объем каждого раствора доводят до 25 мл дистиллированной водой и через 10 минут приступают к измерениям. Раствор сравнения содержит дистиллированную воду.

3.2. Выбор кюветы

Выбор кюветы производится визуально, соответственно интенсивности окраски раствора. Если раствор окрашен интенсивно, то следует пользоваться кюветами $l = 10 \dots 30$ мм. В случае слабой окраски растворов следует пользоваться кюветами $l = 10 \dots 50$ мм.

3.3. Выбор длины волны

Раствор фотометрируют относительно раствора сравнения в кювете $l = 20$ мм при разных длинах волн поочередно, записывая результаты всех измерений в виде таблицы. Затем на графике рисуют полученную спектральную линию. Для работы выбирают длину волны, соответствующей наибольшей оптической плотности исследуемого раствора. В случае плоского пика выбирают длину волны соответствующую середине пика.

Таблица 1 – Результаты измерений оптической плотности

Оптическая плотность	Длина волны, <i>нм</i>							
	400	440	490	500	510	520	530	540
A_1								
A_2								
A_3								
A_{cp}								

4. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- 4.1. Изучить теоретические сведения, представленные в данных методических указаниях и лекциях.
- 4.2. Ознакомиться с порядком работы фотометра КФК – 3.
- 4.3. Начертить таблицу 1 в лабораторном журнале.
- 4.4. Выполнить экспериментальные исследования.
- 4.5. Занести результаты измерений в таблицу 1.
- 4.6. Вычислить средние арифметические значения оптической плотности.
- 4.7. Построить спектральный график оптической плотности исследуемого раствора ($A=F(\lambda)$) на миллиметровой бумаге или с помощью программы Excel.
- 4.8. Сделать выводы по лабораторной работе.
- 4.9. При сдаче лабораторной работы знать ответы на все контрольные вопросы.

5. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА О ВЫПОЛНЕНИИ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

- 5.1. Название и цель работы.
- 5.2. Краткая характеристика метода анализа.
- 5.3. Таблица 1 с результатами измерений оптической плотности.
- 5.4. Спектральный график оптической плотности.

5.5. В выводах указывается выбранная длина волны и размер кюветы.

6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 6.1. На чем основан метод молекулярной абсорбционной спектроскопии?
- 6.2. Сформулируйте закон Бугера-Ламберта-Бера.
- 6.3. Что называется коэффициентом пропускания и оптической плотностью? В каких пределах изменяются эти величины?
- 6.4. Какая формула обычно используется в количественном фотометрическом анализе?
- 6.5. От каких факторов зависит интенсивность поглощения света?
- 6.6. Какие ограничения необходимо учитывать при практическом применении закона Бугера-Ламберта-Бера?
- 6.7. Перечислите основные операции количественных методик фотометрии.
- 6.8. Какие реакции называют фотометрическими?
- 6.9. Какое окрашенное соединение вы используете в данной работе?
- 6.10. Как выбрать длину волны (светофильтр) для фотометрических определений?
- 6.11. Какие факторы необходимо учитывать при выборе толщины светопоглощающего слоя (кюветы)?
- 6.12. Что такое спектр и спектральная линия? В чем разница между атомными и молекулярными спектральными линиями?

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.
4. Сигора Г.А. Физико-химические методы анализа в экологии: учеб. пособие / Г.А. Сигора. – Севастополь: Изд-во СевНТУ. 2008. – 336 с.

**АНАЛИЗ ОДНОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ. ВЫБОР ОПТИМАЛЬНЫХ
УСЛОВИЙ ДЛЯ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

Методические указания

*Составители: **Сигора** Галина Анатольевна,
Хоменко Тамара Юрьевна*

В авторской редакции

Изд. № 63/19. Объем 1,25 п.л.
РИИЦМ ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»