



Л.Д. Агеева

**ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЕДИНЕНИЙ**

Методические указания

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

**«Национальный исследовательский ядерный университет
«МИФИ»**

**Северский технологический институт – филиал НИЯУ МИФИ
(СТИ НИЯУ МИФИ)**

УТВЕРЖДАЮ

Зав.кафедрой ХиТМСЭ

В.Л Софронов

« » _____ 2013г

Л.Д. Агеева

ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЕДИНЕНИЙ

Методические указания

Северск 2013

УДК 543.43 (076)
ББК 24.4
А 239

Агеева Л.Д.

А 239 Турбидиметрическое определение соединений: методические указания /
Л.Д. Агеева. – Северск: Изд-во СТИ НИЯУ МИФИ, 2013. – 21 с.

Методические указания включают в себя теоретическую часть, в которой даны краткие сведения о турбидиметрическом и нефелометрическом методах анализа. Предложены вопросы для защиты лабораторной работы. В практической части студентам предлагается выполнить лабораторную работу, предназначенную для закрепления пройденного теоретического материала.

Одобрено на заседании методического семинара кафедры ХиТМСЭ
(протокол № 17 от 27июня 2012г.).

Печатается в соответствии с планом выпуска учебно-методической литературы на 2013г., утвержденным Ученым Советом СТИ НИЯУ МИФИ.

Рег. №22/13 от 16.05.13

Рецензенты

канд. хим. наук, доцент СТИ НИЯУ МИФИ
С.А. Безрукова

Редактор
Р.В. Фирсова

Подписано к печати____ Формат 60х84/32.
Гарнитура Times New Roman. Бумага писчая №2.
Плоская печать. Усл. печ. л. Уч. изд. л.
Тираж 50 экз. Заказ_____

Отпечатано в ИПО СТИ НИЯУ МИФИ
636036, Томская обл., г. Северск,
пр. Коммунистический, 65.

Содержание

Введение	
1 Теоретическая часть	4
1.1 Нефелометрический и турбидиметрический анализ	4
1.2 Основные количественные соотношения в нефелометрии и турбидиметрии	7
1.3 Построение градуировочного графика	8
1.4 Выбор светофильтров	8
1.5 Общие рекомендации для выполнения лабораторных работ	9
2 Экспериментальная часть	10
2.1 Лабораторная работа № 1 «Турбидиметрическое определение ионов SO_4^{2-} (серы) в растворе в качестве стабилизатора раствор агар-агар»	10
2.2 Лабораторная работа № 2 «Турбидиметрическое определение ионов SO_4^{2-} (серы) в растворе, в качестве стабилизатора раствор осадителя»	13
2.3 Лабораторная работа № 3 «Турбидиметрическое определение кальция»	15
2.4 Лабораторная работа № 4 «Определение меди в разбавленных растворах после предварительного концентрирования»	17
3 Вопросы для защиты лабораторной работы	19
4 Контрольные вопросы по теме «Нефелометрический и турбидиметрический анализ	19
5 Контрольные вопросы по теме «Фотометрический метод анализа	20
6 Безопасность труда	20
Литература	21

Введение

В аналитической химии часто приходится сталкиваться с определением малых количеств (следов) веществ. Например, содержание примесей в чистых металлах исчисляется тысячными долями процента. Содержание такого количества вещества невозможно определить химическими методами. В таких случаях приходится использовать оптические методы анализа. Наибольшее распространение имеет абсорбционный анализ, который может выполняться спектрофотометрией, фотоколориметрией и колориметрией. К оптическим методам так же относятся турбидиметрия и нефелометрия — анализы основаны на поглощении и рассеянии лучистой энергии взвешенными частицами определяемого вещества.

1. Теоретическая часть

1.1 Нефелометрический и турбидиметрический анализы

В нефелометрическом и турбидиметрическом анализах используют явление рассеяния света твердыми частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии. Турбидиметрический и нефелометрический методы применяют для анализа: суспензий, эмульсий, различных взвесей и других мутных сред.

Если через кювету, наполненную суспензией, пропускать свет, то часть его будет отражена, часть поглощена, а часть рассеяна во всех направлениях в соответствии с рисунком 1.

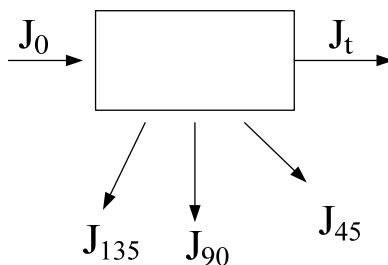


Рисунок 1 – Отражение, поглощение, рассеяние пучка света при прохождении через кювету

Пробу освещают потоком света с интенсивностью I_0 , а затем, так же как в молекулярной абсорбционной спектроскопии, измеряют интенсивность прошедшего излучения I_t или определяют интенсивность излучения, рассеянного под определенным углом (например, I_{90} при 90°).

С ростом числа частиц суспензии отношение I_t/I_0 уменьшается, а отношения вида I_{90}/I_0 увеличиваются, во всяком случае, до умеренных концентраций. Для очень разбавленных суспензий измерение под углом го-

раздо чувствительнее, чем измерения, когда источник и приемник излучения находятся на одной линии, поскольку при этом можно наблюдать слабый рассеянный свет на темном фоне.

При прохождении пучка света через дисперсную систему наблюдается боковое рассеяние света, благодаря чему свет, проходящий через среду, имеет вид мутной полосы. Мутность ее объясняется рассеянием светового луча вследствие различных причин и зависит от размеров взвешенных частиц.

Метод, в котором используют интенсивность прошедшего света I_t , называют *турбидиметрией*, а метод с измерением под углом 90° (или каким-либо другим) – *нефелометрией*. При турбидиметрических измерениях величина S , называемая *мутностью*, соответствует оптической плотности и может быть определена из соотношения, аналогичного основному закону светопоглощения:

$$S = \lg (I_0/I) = k l N,$$

где k – коэффициент пропорциональности, называемый коэффициентом мутности;

l – длина пути;

N – число рассеивающих частиц в единице объема.

На том факте, что интенсивность рассеянного света с увеличением числа рассеивающих частиц возрастает, основаны два родственных аналитических метода определения концентрации вещества.

Интенсивность пучка света, проходящего через такую среду, уменьшается за счет рассеивания и других процессов взаимодействия света со взвешенными частицами.

Нефелометрический метод определения концентрации основан на измерении интенсивности светового потока, который возникает вследствие рассеяния падающего на взвесь света.

Турбидиметрический метод определения концентрации основан на измерении ослабления светового потока, прошедшего через суспензию.

Суспензии – малорастворимые вещества в сильно разбавленных растворах (100 мг на 1 л и менее). Взвеси отражают постоянное количество света в течение длительного промежутка времени. Этого времени достаточно для измерения интенсивности света.

При выполнении нефелометрического и турбидиметрического анализов необходимо соблюдать ряд условий:

- получаемые осадки, вернее взвеси, должны быть практически нерастворимы;

- продукт реакции должен находиться в растворе в виде суспензии, а не осадка. Для увеличения стойкости взвеси следует вводить защитные коллоиды (желатин, агар-агар) или солевые смеси, не дающие с определяемыми ионами труднорастворимых соединений;

- образуемые взвеси должны быть стойкими во времени, то есть оседать в течение достаточно длительного времени.

"Мутность" раствора так же, как и поглощение света окрашенными растворами, измеряют на фотоэлектроколориметрах. Техника измерения полностью аналогична технике фотометрирования, то есть для турбидиметрических измерений можно использовать любой фотометр или спектрофотометр. Если растворитель и рассеивающие частицы бесцветны, максимальная чувствительность достигается при использовании излучения голубой или ближней ультрафиолетовой области. Для окрашенных систем оптимальную длину волны необходимо подбирать экспериментально.

Турбидиметрический метод анализа применяют для определения ионов, образующих малорастворимые соединения, например:

SO_4^{2-}	с	Ba^{2+}
Cl^-	с	Ag^-
F^-	с	Ca^{2+}
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	с	Ca^{2+}

Основным достоинством нефелометрических и турбидиметрических методов является их высокая чувствительность, что особенно ценно по отношению к элементам или ионам, для которых отсутствуют цветные реакции. В практике широко применяется, например, нефелометрическое определение хлорида и сульфата в природных водах и аналогичных объектах. По точности турбидиметрия и нефелометрия уступают фотометрическим методам, что связано, главным образом, с трудностями получения суспензий, обладающих одинаковыми размерами частиц, стабильностью во времени и т. д. К обычным сравнительно небольшим погрешностям фотометрического определения добавляются ошибки, связанные с недостаточной воспроизводимостью химико-аналитических свойств суспензий.

1.2 Основные количественные соотношения в нефелометрии и турбидиметрии

В нефелометрическом анализе используется явление рассеяния света твердыми частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии. Обычно рассеяние света наблюдается в направлении, перпендикулярном к направлению падающего света. Интенсивность светорассеяния подчиняется уравнению

$$I_r = I_0 k c \text{ или } I_r/I_0 = k c,$$

где I_r и I_0 — интенсивности рассеянного и падающего света соответственно;
 k — коэффициент, зависящий от свойств суспензии и типа прибора;
 c — концентрация.

Введем обозначение $I_r/I_0 = T_{\text{каж}}$ — кажущийся коэффициент пропускания.

Получим $T_{\text{каж}} = k c$.

Прологарифмируем и введем обозначение

$$-\lg I_r/I_0 = A_{\text{ка}} = -\lg k - \lg c;$$

$$A_{\text{каж}} = B - \lg c,$$

где $A_{\text{каж}}$ — кажущаяся оптическая плотность.

Линейный градуировочный график может быть построен как в координатах $A_{\text{каж}} - \lg c$, так и в координатах $T_{\text{каж}} - c$

Турбидиметрический анализ основан на измерении светового потока, прошедшего через мутную среду. Ослабление интенсивности света при этом описывается формулой, аналогичной уравнению Бугера—Ламберта—Бера:

$$-\lg (I/I_0) = k l c,$$

где k — эмпирическая постоянная;

l — толщина слоя раствора;

c — концентрация.

1.3 Построение градуировочного графика

Построение градуировочного графика проводят в следующем порядке:

а) готовят ряд растворов данного вещества с известными концентрациями, охватывающими область возможных изменений концентраций этого вещества в исследуемом растворе;

б) измеряют оптические плотности всех растворов;

в) строят градуировочный график, откладывая по горизонтальной оси известные концентрации, а по вертикальной — соответствующие им значения оптической плотности, рассчитанные по методу наименьших квадратов.

Следует убедиться в том, что зависимость концентрации от оптической плотности линейная (по критерию Фишера), то есть выражается на графике прямой линией.

По градуировочной кривой (точнее по уравнению линейной регрессии) в дальнейшем определяют неизвестную концентрацию вещества в исследуемых растворах.

Для этого раствор наливают в ту же кювету, для которой построена градуировочная кривая, и, включив тот же светофильтр, определяют оптическую плотность раствора. Затем находят концентрацию, соответствующую измеренному значению оптической плотности.

1.4 Выбор светофильтров

Для измерения светопоглощения надо выбрать спектральную область, в которой чувствительность анализа наиболее высокая. При выборе светофильтра необходимо знать области поглощения света веществом (его спектр). Как известно, ощущение цвета возникает в результате воздействия на зрительный нерв электромагнитного излучения с длинами волн 380 - 760 нм. Суммарное действие электромагнитных излучений во всем указанном интервале вызывает ощущение белого цвета. При отсутствии в видимой части спектра определенного интервала длин волн возникнет ощущение цветности. Если вещество поглощает луч какого-либо цвета (назовем его спектральным), оно окрашивается в так называемый дополнительный цвет. Именно он возникает в зрительном аппарате, если из белого луча изымается спектральный цвет.

Например, если вещество поглощает свет с длиной волны 590 нм (желтый), то оно окрашено в синий цвет (425 нм). В соответствии с выше-

сказанным, цвет светофильтра должен являться дополнительным по отношению к окраске раствора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 – Окраска растворов и характеристики светофильтров

Окраска раствора	Поглощаемая длина волны, нм	Цвет светофильтра	Длина волны пропускаемого света, нм
Желто-зеленый	400	Фиолетовый	400-435
Желтая	425	Синий	435-480
Оранжевая	450	Зеленовато-синий	480-490
Красная	490	Синевато-зеленый	490-500
Пурпурная	510	Зеленый	500-560
Фиолетовая	530	Зеленовато-желтый	560-580
Синяя	590	Желтый	580-595
Сине-зеленая	640	Красный	605-730

1.5 Общие рекомендации для выполнения лабораторных работ

Общие рекомендации по выполнению лабораторных работ. При выполнении лабораторной работы, необходимо:

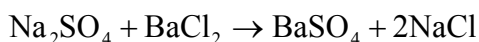
- 1) прежде чем приступить к работе, уточнить марку прибора (тип КФК-3, КФК-3-01). Прочитать, изучить устройство прибора и принцип его работы;
- 2) строго следовать методике приготовления растворов (соблюдать порядок сливания реагентов, поддерживать нужную кислотность);
- 3) выполнять правила приготовления растворов, отбора аликвот, измерения объемов и пр.;
- 4) соблюдать чистоту кювет для измерения светопоглощения. Перед заполнением кювету ополоснуть небольшой порцией исследуемого раствора во избежание его разбавления остатками воды после промывания кюветы;
- 5) кювету заполнить до такого уровня, чтобы весь световой поток проходил через слой раствора. Кюветы устанавливать в строго определенное положение во избежание «кюветной» ошибки;
- 6) ознакомиться с описанием прибора и порядком измерений;
- 7) по окончании работы выключить прибор, вымыть посуду и кюветы и сдать их лаборанту. Привести в порядок рабочее место.

2. Экспериментальная часть

2.1 Лабораторная работа «Турбидиметрическое определение ионов SO_4^{2-} (серы) в растворе в качестве стабилизатора агар-агар»

Цель: определить концентрацию сульфат-ионов и серы в растворе турбидиметрическим методом анализа

В турбидиметрическом методе определения ионов SO_4^{2-} используется реакция образования суспензии малорастворимого в кислых растворах сульфата бария ($\text{PP}_{\text{BaSO}_4} = 1,1 \cdot 10^{-10}$):



Сульфат-ионы осаждают в виде сульфата бария в хлороводородной среде. В определенных пределах концентраций сульфатов сульфат бария образует устойчивую белую муть. Определение основано на измерении интенсивности помутнения растворов, содержащих сульфаты, при добавлении хлорида бария. Оптическую плотность растворов измеряют при 435-480 нм (синий светофильтр). Линейная зависимость оптической плотности от концентрации сульфатов наблюдается в диапазоне 0-50 мг/дм³.

Для стабилизации суспензии BaSO_4 в реакционную смесь вводят агар-агар.

2.1.1 Материалы и оборудование:

- двухлучевой фотоэлектроколориметр (типа КФК-3, КФК-3-01);
- мерные колбы на 100 мл (8 шт.);
- термостойкий стакан;
- стеклянная палочка;
- калька для взвешивания;
- цилиндр на 10 мл;
- пипетка мерная;
- электрическая плитка (или баня песочная).

2.1.2 Реактивы:

- *раствор хлорида бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 10 %-ный раствор;*
- *агар-агар;*
- *солевая смесь: 240 г NaCl (х.ч.), 20,5 мл HCl (х.ч.) в 1 дм³ раствора;*

– стандартный раствор Na_2SO_4 , содержащий 0,2 мг серы в 1 см³ (0,8872 г прокаленного Na_2SO_4 в 1 дм³ раствора).

2.1.3 Порядок выполнения лабораторной работы

1 *Приготовление агар-агара.* На аналитических весах взвесить 1,5 г агар-агара. Поместить его в термостойкий стакан, добавить 100 см³ дистиллированной воды и варить на среднем огне при постоянном помешивании, не доводя до кипения.

2 *Приготовление рабочего раствора Na_2SO_4 .* Рабочий раствор Na_2SO_4 , содержащий 10 мкг серы в 1 см³ раствора, готовят разбавлением стандартного раствора в 20 раз. Чтобы приготовить 60 см³ рабочего раствора, необходимо взять 3 см³ стандартного раствора сульфата натрия и добавить 57 см³ дистиллированной воды.

3 В 6 мерных колб на 100 см³ налить пипеткой 0 (раствор сравнения); 2; 4; 8; 12; 20 мл **рабочего раствора** Na_2SO_4 (содержащий 10 мкг в 1 см³), что соответствует 0; 20; 40; 80; 120 и 200 мг серы в пробе.

4 В каждую колбу прилить по 10 см³ горячего агар-агара и соответственно дистиллированной воды 40; 38; 36; 32; 28; и 20 см³. Круговыми движениями колб, перемешать их содержимое (при этом не допускать остывание агар-агара).

5 Пипеткой прилить в каждую колбу по 15 см³ раствора BaCl_2 и тщательно перемешать (при этом не допускать остывание агар-агара).

Дистиллированной водой довести до метки объема суспензий. Тщательно перемешать (при этом не допускать остывание агар-агара).

6 Измерить на фотоколориметре кажущуюся оптическую плотность (мутность) эталонных суспензий по отношению к раствору сравнения, начиная с суспензии наибольшей концентрации, используя кюветы длиной 50 мм и синий светофильтр. Данные измерений занести в таблицу.

№ колбы	Светофильтр	Концентрация ионов С, мкг/ см ³	Кажущаяся оптическая плотность (мутность), $D_{\text{каж}}$

7 Построить калибровочный график зависимости $D_{\text{каж}} = f(C_S)$.

2.1.4 Определение содержания SO_4^{2-} (серы) в растворе

1 Пробу анализируемого раствора в мерной колбе на 100 см^3 разбавить до метки дистиллированной водой и хорошо перемешать.

2 Из полученного раствора отобрать пипеткой три пробы по 10 см^3 в мерные колбы на 100 см^3 , добавить в каждую колбу по 30 см^3 дистиллированной воды.

3 В каждую колбу прилить по 10 см^3 горячего агар-агара. Круговыми движениями колб, перемешать их содержимое (при этом не допускать остывание агар-агара).

4 Пипеткой прилить в каждую колбу по 15 см^3 раствора BaCl_2 и тщательно перемешать (при этом не допускать остывание агар-агара).

Дистиллированной водой довести до метки объемы суспензий. Тщательно перемешать (при этом не допускать остывание агар-агара).

5 Измерить на фотоколориметре кажущуюся оптическую плотность (мутность) эталонных суспензий по отношению к раствору сравнения.

6 Измерить оптическую плотность D каждого из растворов и рассчитать ее среднее значение.

7 По среднему значению плотность D при помощи калибровочного графика найти содержание серы g_s , мкг в пробе и рассчитать ее количество в анализируемом растворе по формуле:

$$g_s = 10 \cdot V \cdot C_s,$$

где V – объем мерной колбы, мл;

C_s – концентрация серы в суспензии, мкг/мл.

8 Полученный результат пересчитать на содержание SO_4^{2-} по формуле:

$$g_{\text{SO}_4^{2-}} = g_s \cdot F,$$

где $g_{\text{SO}_4^{2-}}$ – содержание SO_4^{2-} в пробе анализируемого раствора, мкг;

F – фактор пересчета, $F = \frac{M_{\text{SO}_4^{2-}}}{A_s}$ ($M_{\text{r}(\text{SO}_4^{2-})}$ и $A_{\text{r}(\text{S})}$ – ионная масса SO_4^{2-} и

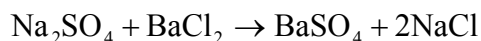
атомная масса серы соответственно)

9 Результат определения содержания SO_4^{2-} (серы) в анализируемой пробе сверить у преподавателя и рассчитать ошибку определения.

2.2 Лабораторная работа «Турбидиметрическое определение ионов SO_4^{2-} (серы) в растворе, в качестве стабилизатора раствор осадителя»

Цель: определить концентрацию сульфат-ионов и серы в растворе турбидиметрическим методом анализа, в качестве стабилизатора раствор осадителя.

В турбидиметрическом методе определения ионов SO_4^{2-} используется реакция образования суспензии малорастворимого в кислых растворах сульфата бария ($\text{PP}_{\text{BaSO}_4} = 1,1 \cdot 10^{-10}$):



Сульфат-ионы осаждают в виде сульфата бария в хлороводородной среде. В определенных пределах концентраций сульфатов сульфат бария образует устойчивую белую муть. Определение основано на измерении интенсивности помутнения растворов, содержащих сульфаты, при добавлении хлорида бария. Оптическую плотность растворов измеряют при 435-480 нм (синий светофильтр). Линейная зависимость оптической плотности от концентрации сульфатов наблюдается в диапазоне 0—50 мг/дм³.

Для стабилизации суспензии BaSO_4 в реакционную смесь вводят глицерин, а для понижения растворимости сульфата бария—этиловый спирт.

2.2.1 Материалы и оборудование:

- двухлучевой фотоэлектроколориметр (типа КФК-3, КФК-3-01);
- мерные колбы на 50 см³ (17 шт.);
- цилиндр на 10 см³;
- пипетка мерная.

2.2.2 Реактивы:

- *раствор хлорида бария ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):* 5 %-ный раствор (6,2 г хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды);
- *стандартный раствор Na_2SO_4 ,* содержащий 0,2 мг серы в 1 см³ (0,8872 г прокаленного Na_2SO_4 в 1 дм³ раствора);
- *раствор соляной кислоты (1:1):* 50 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 см³ бидистиллированной воды. Раствор устойчив;
- *раствор осадителя:* 50 см³ 5 %-ного раствора хлорида бария смешивают с 150 см³ глицерина или этиленгликоля и 150 см³ этилового спирта

в конической колбе вместимостью 500 см³. Доводят величину рН раствора приблизительно до трёх раствором соляной кислоты 1:1 и оставляют на 1-2 суток в темном месте, накрыв колбу часовым стеклом. После отстаивания раствор осадителя переливают в темную склянку с притертой пробкой. Если при отстаивании на дне колбы образовался осадок, перенос реактива в склянку следует проводить осторожно, так, чтобы осадок остался в колбе. Раствор осадителя пригоден не более трёх месяцев.

2.2.3 Порядок выполнения работы

1 В мерные колбы вместимостью 50 см³ с помощью градуированных пипеток вместимостью 1, 5 и 10 см³ внести 0 (раствор сравнения); 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ раствора сульфата натрия (калия) с массовой концентрацией сульфат-ионов 0,250 мг/см³.

2 Объемы растворов довести до меток в колбах, дистиллированной водой, перемешать.

3 Рассчитать полученные концентрации по формуле: $C_1V_1=C_2V_2$ и записать на колбах.

4 5 см³ каждого из приготовленных растворов внести в мерные колбы вместимостью 50 см³ и добавить по 1 капле раствора соляной кислоты 1:1.

5 При непрерывном перемешивании прилить в каждую колбу 5 см³ раствора осадителя и продолжать перемешивание содержимого еще 10-15 с. Объемы растворов довести до меток в колбах, дистиллированной водой, перемешать.

6 Рассчитать полученные концентрации по формуле: $C_1V_1=C_2V_2$ и записать на колбах.

7 Через 40 ± 5 мин измерить оптическую плотность растворов в кювете, начиная с суспензии наибольшей концентрации, используя кюветы длиной 30-50 мм и синий светофильтр. Данные измерений занести в таблицу.

№ колбы	Светофильтр	Концентрация ионов С, мкг/мл	Кажущаяся оптическая плотность (мутность), $D_{\text{каж}}$

8 Градуировочную зависимость построить в координатах: оптическая плотность—концентрация сульфат-ионов в мг/дм³ и рассчитать методом наименьших квадратов.

2.2.4 Определение содержания SO_4^{2-} (серы) в растворе

1 Отобрать 5,0 см³ анализируемой воды в сухую коническую колбу вместимостью 50 см³ или пробирку с притертой пробкой вместимостью 10-15 см³, добавить 1 каплю соляной кислоты 1:1 и перемешать.

2 Через 1-2 мин при непрерывном перемешивании прилить в колбу 5 см³ раствора **осадителя** и продолжать перемешивание содержимого еще 10-15 с.

3 Через 40±5 мин измерить оптическую плотность (мутность) пробы при 435-480 нм в кювете длиной 30-50 мм относительно раствора сравнения.

4 По градуировочной зависимости найти массовую концентрацию сульфатов в анализируемой пробе воды, соответствующее полученному значению оптической плотности D .

5 Результат определения содержания SO_4^{2-} (серы) в анализируемой пробе сверить у преподавателя и рассчитать ошибку определения.

2.3 Лабораторная работа №3 «Турбидиметрическое определение кальция»

Цель: определить концентрацию кальция в растворе турбидиметрическим методом анализа

Определение основано на осаждении кальция в виде оксалата и измерении интенсивности света, прошедшего через раствор, содержащий суспензию CaC_2O_4 . Присутствие этанола повышает чувствительность метода. Определение выполняют методом градуировочного графика.

2.3.1 Материалы и оборудование:

- двухлучевой фотоэлектроколориметр (типа КФК-3, КФК-3-01);
- мерные колбы на 50 мл и 100 мл;
- химический стакан на 50 мл;
- пипетка мерная.

2.3.2 Реактивы:

- карбонат кальция $\text{CaCO}_3(\text{к})$, высушенный при 110 °С;
- оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 0,25М раствор;

– соляная кислота HCl, 2М раствор.

2.3.3 Порядок выполнения работы

1 Для построения калибровочного графика, необходимо предварительно приготовить стандартный раствор кальция с титром по кальцию $T_{Ca^{2+}} = 1 \cdot 10^{-3}$ г/см³. $M_{r(CaCO_3)} = 100$ г/моль. В 100 г CaCO₃ содержится 40 г Ca²⁺, тогда 0,001 г будет содержаться в 0,0025 г CaCO₃.

Далее рассчитать навеску CaCO₃, необходимую для приготовления определенного объема исходного стандартного раствора с титром по кальцию $T_{Ca^{2+}} = 1 \cdot 10^{-3}$ г/см³. Объем и расчет навески уточнить у преподавателя (0,25г CaCO₃ на 100мл).

2 Навеску CaCO₃, близкую к рассчитанной, взвесить на аналитических весах в стакане вместимостью 50 см³ и осторожно растворить ее в 10 см³ раствора HCl, добавляя кислоту постепенно, малыми порциями.

3 Количественно перенести полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и довести до метки водой. Получили раствор №1 с титром по $T_{Ca^{2+}} = 1 \cdot 10^{-3}$ г/см³.

4 Из раствора № 1 приготовить 50 см³ разбавленный стандартный раствор кальция с титром по кальцию $T_{Ca^{2+}} = 1 \cdot 10^{-4}$ г/см³ (раствор №2) (разбавить необходимое количество исходного раствора водой в 10 раз или рассчитать объем аликвоты по формуле $C_1 V_1 = C_2 V_2$).

5 Построить калибровочный график:

– в шесть мерных колб вместимостью 50 см³ прилить из бюретки по 10 см³ раствора оксалата аммония;

– пипеткой добавить 0, 2, 4, 6, 8, 10 см³ разбавленного стандартного раствора соли кальция (раствора №2), что соответствует 0 (холостая проба), $4 \cdot 10^{-4}$; $8 \cdot 10^{-4}$; $12 \cdot 10^{-4}$; $16 \cdot 10^{-4}$; $20 \cdot 10^{-4}$ г/см³ концентрации ионов кальция (Ca²⁺) в пробе;

– довести содержимое колб до метки водой. Растворы рекомендуется готовить с интервалом в 5 мин. Для повышения чувствительности определения можно добавить в каждую колбу 5-10 см³ этилового спирта;

– растворы перемешать;

– поочередно налить в кювету оптического прибора и через 5 мин после приготовления измерить оптическую плотность относительно холостой пробы при зеленом светофильтре (длина волны 500-560 нм);

– по полученным данным построить калибровочный график в координатах: оптическая плотность (D) —концентрация кальция.

2.2.4 Определение содержания ионов Ca^{2+} в растворе

1 Исследуемый раствор поместить в мерную колбу вместимостью 100 мл, довести до метки водой и тщательно перемешать.

2 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой перенести 10 см^3 полученного раствора, добавить из бюретки 10 см^3 раствора оксалата аммония, этиловый спирт (если его добавляли при построении градуировочного графика).

3 Довести раствор до метки водой.

4 Через 5 мин после приготовления измерить оптическую плотность и по графику найти концентрацию кальция в исследуемом растворе.

5 Рассчитать массу кальция в пробе.

2.4 Лабораторная работа № 4 «Определение меди в разбавленных растворах после предварительного концентрирования»

Цель: определить концентрацию меди в разбавленных растворах после предварительного концентрирования турбидиметрическим методом анализа

Ионообменная хроматография позволяет осуществить процессы выделения и концентрирования ионов из разбавленных растворов, не прибегая к трудоемким операциям упаривания, осаждения и пр. На катионите КУ-2 в Н-форме проводят ионный обмен. После поглощения меди ее элюируют раствором кислоты. Медь в растворе определяют фотометрическим методом.

2.4.1 Материалы и оборудование:

- двухлучевой фотоэлектроколориметр (типа КФК-3, КФК-3-01);
- мерные колбы на 50 см^3 (17 шт.);
- цилиндр на 10 см^3 ;
- пипетка мерная.

2.4.2 Реактивы:

- стандартный раствор меди, содержащий 2,0 мг/см^3 Cu^{2+} .
- водный раствор аммиака с массовой долей 25%;
- кислота хлороводородная HCl , 2М раствор.

2.4.3. Переведение катионита в H^+ -форму

Катионит поместить в делительную воронку, в которой его 5 раз промыть 5%-м раствором HCl для удаления ионов железа. При этом объем

промывного раствора должен быть примерно в 30 раз больше объема катионита. Каждый раз катионит взболтать с раствором HCl и оставить в контакте с ним на 2 ч при периодическом перемешивании. После удаления железа промыть катионит дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. При такой обработке катионит переходит в H^+ -форму.

Подготовленный таким образом катионит (обычно около 5 г) внести в хроматографическую колонку. В верхнюю и нижнюю части колонки поместить слой (3-5 мм) стекловаты. Важно, чтобы упаковка ионита в колонке была плотной и равномерной, чтобы не образовывались воздушные пузыри и ионит не всплывал. Необходимо также следить за тем, чтобы катионит всегда находился под слоем воды.

Хроматографическую колонку можно использовать многократно, каждый раз перед работой переводя катионит в H^+ -форму. Для этого через колонку пропустить 200 см³ раствора HCl порциями по 10-15 см³ со скоростью 2-3 капли в секунду (скорость истечения регулируют краном). Затем колонку промыть дистиллированной водой до отрицательной реакции на ионы водорода (по метиловому оранжевому или метиловому красному).

При повторном (и многократном) использовании колонки катионит не требует регенерации, так как при элюировании меди (II) хлороводородной кислотой катионит переходит в H^+ -форму.

2.4.4 Порядок выполнения работы

1 Проведение ионного обмена. Анализируемый раствор пропустить через подготовленную (см. 2.4.3) хроматографическую колонку с катионитом КУ-2 в H^+ -форме со скоростью 1-2 капли за одну секунду.

2 Раствор, вытекающий из колонки, собрать в стакан и отставить. После этого в колонку внести 40 см³ 2М HCl (порциями по 10 см³) и промыть колонку водой (50-60 мл порциями по 10-15 см³). Вытекающий из колонки раствор собрать в мерную колбу вместимостью 100 см³ и довести до метки водой.

3 Фотометрическое определение меди:

а) отобрать пипеткой 20 см³ раствора, полученного по п. 2, в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавить 15 см³ 25% - го водного раствора аммиака и довести раствор до метки водой;

б) измерить оптическую плотность полученного раствора ($D_{\text{иссл}}$) на фотокolorиметре при 600-620 нм;

в) для определения молярного коэффициента светопоглощения в мерную колбу вместимостью 50 см³ поместить 6 см³ стандартного раство-

ра меди ($2 \text{ мг/см}^3 \text{ Cu}^{2+}$), 15 см^3 25%-го водного раствора аммиака и довести раствор до метки водой;

г) измерить оптическую плотность полученного раствора ($D_{\text{ст}}$) в условиях, выбранных для исследуемого раствора. Рассчитать молярный коэффициент светопоглощения.

4 Определить концентрацию меди в исследуемом растворе.

5 Рассчитать массу меди в анализируемом растворе с учетом произведенных разбавлений.

3 Вопросы для защиты лабораторной работы

1 Сущность турбидиметрического анализа.

2 Основной закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта, закона Бугера-Ламберта-Бера).

3 Понятие молярного коэффициента поглощения.

4 Понятие спектра поглощения.

5 Аналитический сигнал.

6 Длина волны (цвет светофильтра) для анализа?

7 В чем заключалась цель работы?

8 Каким методом обрабатывались результаты анализа?

9 Калибровочный график:

- в каких координат построен?

- чем характеризуется калибровочный график?

4 Контрольные вопросы по теме «Нефелометрический и турбидиметрический анализ»

1 «Нефело» в переводе с греческого означает «облако». Почему так называют этот метод анализа?

2 Почему термины «оптическая плотность» и «пропускание» в нефелометрии употребляются с определением «кажущиеся»?

3 На чем основаны методы нефелометрии и турбидиметрии?

4 С какой целью при нефелометрическом определении сульфат- и хлорид-ионов прибавляют желатин?

5 От каких экспериментальных условий зависит точность измерения оптической плотности мутных растворов?

6 Назовите примеры нефелометрических и турбидиметрических определений и укажите условия проведения анализа.

7 Как связаны интенсивность света, прошедшего через суспензию, с концентрацией анализируемого вещества в методе турбидиметрии?

8 Какое расчетное соотношение лежит в основе нефелометрического метода анализа?

9 Какие условия нужно соблюдать для обеспечения необходимой точности турбидиметрических и нефелометрических определений?

5 Контрольные вопросы по теме «Фотометрический метод анализа»

1 В чем сущность колориметрического, фотометрического и спектрофотометрического методов анализа?

2 Привести уравнение, связывающее коэффициент пропускания T и оптическую плотность A .

3 Какие факторы влияют на молярный коэффициент поглощения?

4 В каких координатах можно представить спектр поглощения?

5 Какова сущность закона Бугера-Ламберта-Бера?

6 Как проводится выбор оптимальных условий фотометрических определений: а) длина волны; б) толщина светопоглощающего слоя (кюветы); в) концентрации.

7 Объясните сущность методов определения концентрации анализируемого вещества: 1) градуировочного графика; 2) метода добавок.

8 На чем основан качественный анализ по поглощению в инфракрасной области спектра?

9 Назовите основные узлы приборов для анализов по светопоглощению. Каково назначение каждого из этих узлов?

10 Назовите фотометрические приборы, предназначенные для работы в: а) видимом; б) ультрафиолетовом; в) инфракрасном участках спектра.

11 В каком спектральном интервале в качестве источника света используют лампу накаливания, водородную лампу, штифт Нернста, ртутную лампу?

12 Для каких областей спектра предназначены приборы, оптические детали которых выполнены из: а) стекла; б) кварца; в) поваренной соли?

6 Безопасность труда

6.1 При работе с хлоридом бария нужно помнить, что все растворимые соли бария ядовиты. Малые дозы растворимых солей отравления не вызывают. Токсическая доза – 0,2-0,5 $BaCl_2$ при приеме внутрь. Нерастворимые соли (например, $BaSO_4$) отравления не вызывают.

6.2 Выполнив экспериментальную часть работы тщательно вымыть руки и приступить к оформлению отчета в рабочей тетради.

Литература

1 Тикунова И.В. Практикум по аналитической химии и физико-химическим методам анализа: учебное пособие / И.В.Тикунова, Н.А. Шаповалов, А.И. Артеменко. – М.: Высшая школа, 2006. – 208 с.

2 Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач: пособие для вузов./ К. Дерффель, В.П.Васильев, Л.А.Кочергина, Т.Д.Орлова – М.: Дрофа, 2004. – 318 с.

3 Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: пособие для вузов / В.П.Васильев – М.: Дрофа, 2004 – 416 с.

4 Ляликов Ю.С. Физико-химические метода анализа / Ю.С. Ляликов – М.: Химия, 1974.

5 Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн.1-2 Общие вопросы. Методы разделения: Учеб. для вузов / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, под ред. Ю.А.Золотова - М.: Высшая школа, 1996.-383 с.:ил.

6 Петерс Д. Химическое разделение и измерение. Теория и практика аналитической химии/ Д. Петерс, Дж. Хайес, Г. Хифтье– М.: Химия, 1978- 1, 2 т.