

1803

МИНИСТЕРСТВО ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ (МИИТ)

Кафедра химии

Ю.А. НОВОЖИЛОВ
Л.С. АКимоВА
Л.П. МУРЗИНА

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Методические указания к лабораторной работе
по дисциплине «Химия»

МОСКВА – 2003

М.У.

Новожилов Ю.А.

Н74

Фотоколориметрический

00-81835

метод анализа 03



МИНИСТЕРСТВО ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ПУТЕЙ СООБЩЕНИЯ (МИИТ)**

Кафедра химии

Ю.А. Новожилов, Л.С. Акимова, Л.П. Мураина

Утверждено
редакционно-издательским
советом университета

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Методические указания к лабораторной работе

по дисциплине «Химия»



Москва - 2003

УДК 541.145

Н74

Новожилов Ю.А., Акимова Л.С., Мурзина Л.П. Фотоколориметрический метод анализа. Методические указания по дисциплине «Химия». – М.: МИИТ, 2003. – 7 с.

В методических указаниях рассматривается закон Бугера – Ламберта – Бера, отражающий зависимость светопоглощения раствора от концентрации окрашенного вещества. Описывается методика количественного определения железа с помощью фотоэлектроколориметра КФК – 2. Дается градуировочный график для раствора роданидного комплекса железа. Студентам предлагается ответить на контрольные вопросы.

© Московский государственный университет
путей сообщения (МИИТ), 2003

ВВЕДЕНИЕ

Фотоколориметрическое определение железа основано на реакции ионов Fe^{3+} с роданид – ионами, в результате которой получают интенсивно окрашенные в красный цвет комплексные ионы $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$. Если в исследуемом препарате присутствуют ионы Fe^{2+} , то их необходимо окислить в ионы Fe^{3+} , чтобы определить общее содержание железа. Роданидная реакция достаточно чувствительна. Этим методом можно определить 5×10^{-5} г железа в 1 л раствора.

Между концентрацией окрашенного вещества и светопоглощением раствора существует зависимость, которая выражается законом Бугера – Ламберта – Бера:

$$I = I_0 \cdot e^{-\varepsilon c l},$$

где I – интенсивность света, прошедшего через раствор;

I_0 – интенсивность падающего света;

ε – молярный коэффициент поглощения света – постоянная величина для данного вещества;

c – молярная концентрация вещества;

l – толщина слоя светопоглощающего раствора (длина кюветы).

Логарифм отношения I_0 к I называется оптической плотностью D раствора:

$$D = \lg I_0 / I = \varepsilon c l.$$

При постоянной l концентрация раствора связана с оптической плотностью прямолинейной зависимостью, которую используют при количественных определениях.

Закон Бера соблюдается при работе в узком участке спектра, который выделяют с помощью светофильтра. Причём для обеспечения максимальной чувствительности анализа выбирают ту область спектра, в которой наблюдается максимальное поглощение света исследуемым веществом. Растворы роданидного комплекса железа (красный цвет) исследуют с сине – зелёным фильтром ($\lambda = 490$ нм).

Методика измерения оптической плотности растворов роданидного комплекса железа с помощью фотоэлектрического колориметра КФЖ – 2

1. Прибор включить в сеть и прогреть в течение получаса.
2. Ручку “ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ ” поставить в положение “ 2 ”, ручку “ СМЕНА СВЕТОФИЛЬТРОВ ” – в положение “ 490 ”.

3. В кюветодержатель поместить кюветы $l = 50$ мм с дистиллированной водой и с исследуемым раствором, причём кювета с водой должна находиться в световом потоке. Закрывать крышку кюветного отделения.
4. Ручками “ УСТАНОВКА ГРУБО ” и “ УСТАНОВКА ТОЧНО ” установить стрелку гальванометра на нулевое деление шкалы D.
5. С помощью ручки “ СМЕНА КЮВЕТ ” кювету с водой заменить кюветой с исследуемым раствором.
6. Снять показания по шкале D в единицах оптической плотности. Измерения провести 3 – 5 раз и окончательное значение взять как среднее арифметическое из них.

Измерение концентрации железа в растворе роданидного комплекса

Концентрацию железа в растворе определяют с помощью градуировочного графика. Для построения графика была приготовлена серия эталонных растворов роданидного комплекса железа с известными концентрациями железа и измерены оптические плотности каждого из них при длине кюветы 50 мм. Градуировочный график представлен на рис. 1.

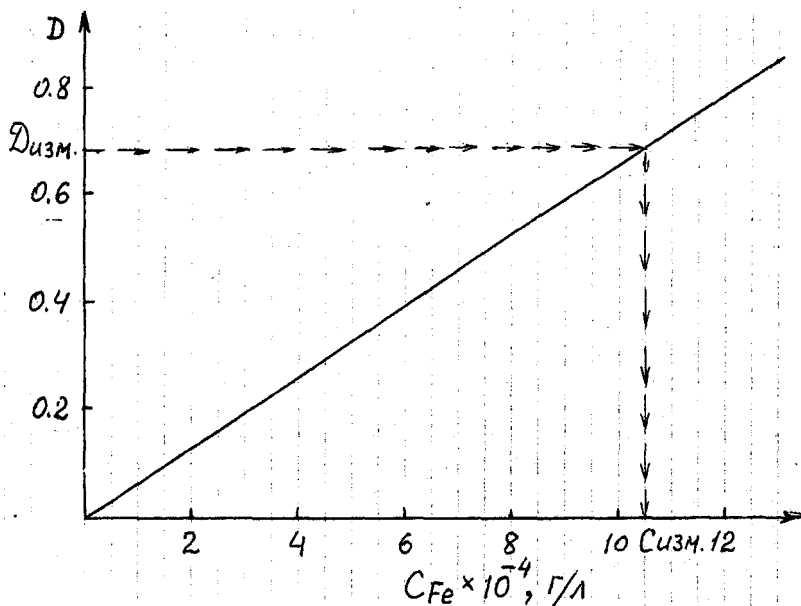


Рис. 1 Градуировочный график

Для того, чтобы определить концентрацию железа в исследуемом растворе, последним заполняют ту же кювету ($l = 50$ мм), для которой построен градуировочный график, и с тем же светофильтром ($\lambda = 490$ нм) измеряют оптическую плотность раствора. Затем по графику находят концентрацию $C_{\text{изм}}$, соответствующую измеренному значению оптической плотности $D_{\text{изм}}$.

Задание 1. Измерить концентрацию ионов Fe^{3+} в контрольном растворе

Получить у преподавателя контрольный раствор. Отмерить 25 мл этого раствора, перенести в мерную колбу ёмкостью 50 мл, добавить 2 мл азотной кислоты (1:1) и 10 мл 10% - ного раствора роданида калия KSCN. Объём раствора довести водой до метки 50 мл. Раствор перемешать. Приготовленный раствор оказался разбавленным в 2 раза по сравнению с контрольным.

Этим раствором заполнить кювету длиной $l = 50$ мм. Измерить оптическую плотность с сине – зелёным светофильтром ($\lambda = 490$ нм).

Концентрацию ионов Fe^{3+} в растворе в кювете определить по градуировочному графику.

Рассчитать концентрацию ионов Fe^{3+} в полученном у преподавателя контрольном растворе (г/л и моль/л).

Задание 2. Определить содержание железа в известняке

Точную навеску известняка (1 – 2 г) поместить в плоскодонную колбу ёмкостью 100 мл. Добавить 10 мл воды, 10 мл азотной кислоты (1:1) и 5 – 10 кристалликов надсернистого аммония для окисления ионов Fe^{2+} до Fe^{3+} . Колбу нагревать в течение 10 минут.

Затем содержимое колбы охладить, перелить в мерную колбу ёмкостью 100 мл. Сюда же смыть остатки раствора из плоскодонной колбы, прилить 20 мл 10% - ного раствора роданида калия и водой довести объём до 100 мл.

Раствор тщательно перемешать, профильтровать (если необходимо). Раствором заполнить кювету ($l = 50$ мм) и измерить оптическую плотность с сине – зелёным светофильтром ($\lambda = 490$ нм). Определить концентрацию железа в растворе по градуировочному графику. Вычислить содержание железа в известняке в %.

Контрольные вопросы

1. Какой закон лежит в основе колориметрического метода анализа?
2. Что называется оптической плотностью раствора?
3. Что называется градуировочным графиком? Как он строится?

Список литературы

1. Крешков А.П. Основы аналитической химии. – Т.2. – М.: Химия, 1970 – с. 430 – 432.
2. Лабораторный практикум по общей химии. / Под ред. А.А. Тапёровой. – М.: Высшая школа, 1986 – с. 286 – 291.
3. Физические методы в органической химии. / Под ред. А. Вайсбергера. – М.: Иностранная литература, 1955 – с. 626 – 655.

Учебно-методическое издание
Новожилов Юрий Александрович, Акимова Лидия Степановна,
Мурзина Людмила Петровна

Фотокolorиметрический метод анализа
Методические указания к лабораторным работам
по дисциплине «ХИМИЯ»

	Формат - 60×84/16	Тираж - 100
Подписано в печать - 01.07.03.	Заказ - 651.	Цена - 3 руб. 25к.
Усл.-печ. л. - 0,5,	Изд. № 390-03.	(по себестоимости)

127994, Москва, ул. Образцова, 15.

Типография МИИТа

**Цена - 3руб.25коп
(по себестоимости)**