

Лабораторная работа № 4 (2 часа) Часть 2. Фотометрическое определение ионов металлов в воде

Цель работы: Изучение методик определения концентрации тяжелых металлов (хрома и меди) в воде с использованием фотометрического анализа.

Задачи:

1. Закрепление навыков работы на фотометре и проведение фотометрических измерений по определению оптической плотности образцов.
2. Определение концентрации ионов хрома в неизвестном образце воды с использованием градуировочного графика.
3. Определение концентрации хрома (VI) с использованием дифенилкарбазида.
4. Определение концентрации меди (II) в виде аммиачного комплекса.
5. Проведение анализа полученных результатов и выводы о содержании тяжелых металлов в воде.

Оборудование: фотометр КФК-3-02; кварцевые кюветы $l = 3$ см; мерные колбы вместимостью 50 см^3 (6 шт.), 25 см^3 (5 шт); мерная пипетки вместимостью 1 см^3 , 2 см^3 , 5 см^3 , 10 см^3 .

Реактивы: стандартный раствор дихромата калия с содержанием хрома $0,01 \text{ мг/см}^3$; дифенилкарбазид, 0,25%-ный водно-ацетоновый раствор (вода:ацетон 1:1); 3 М раствор серной кислоты; 0,05 М раствор сульфата меди; 12%-ный раствор аммиака; дистиллированная вода.

Теоретические сведения

Определение концентрации хрома дифенилкарбазидом

Дифенилкарбазид в кислой среде взаимодействует с хромом (VI) с образованием растворимого соединения красно-фиолетового цвета. В спектре поглощения продукта реакции наблюдается интенсивная полоса с $\lambda_{\text{max}} = 546$ нм и $\varepsilon_{\text{max}} = 4,2 \times 10^4$. Предполагают, что сначала дихромат-ион окисляет дифенилкарбазид до дифенилкарбазона. Образующиеся в результате этой окислительно-восстановительной реакции продукты Cr(III) и дифенилкарбазон далее взаимодействуют друг с другом с образованием хелата неустановленного состава. Однако раствор Cr(III) нельзя использовать для анализа, так как его кинетически инертные аква- и галогенакватомплексы взаимодействуют с дифенилкарбазоном крайне медленно. В то же время с хромат-ионом (дихромат-ионом) хелат образуется мгновенно.

Установлено, что на интенсивность окраски образующегося хелата существенное влияние оказывают чистота реагента и кислотность раствора. Оптимальной является кислотность 0,05—0,1 М по серной кислоте. Не следует использовать для подкисления соляную кислоту.

Реакция Cr(VI) с дифенилкарбазидом очень чувствительна и достаточно селективна. Подобно Cr(VI) с дифенилкарбазидом реагирует Mo(VI), но реакция менее чувствительна. Окрашенные соединения с реагентом способны давать Fe(III) и V(V).

Определение концентрации меди (II) в виде аммиачного комплекса

Методика фотометрического определения катионов меди основана на измерении светопоглощения медно-аммиачного комплекса, имеющего полосу поглощения с $\lambda_{\max}=610$ нм и $\varepsilon_{\max}=1,0 \times 10^2$. Определению мешают ионы металлов, образующие окрашенные комплексы с аммиаком, например, кобальт и никель, или малорастворимые гидроксиды железа, свинца, алюминия. Для устранения мешающего влияния элементов применяют маскирующие комплексообразователи.

Рабочее задание

Студент должен:

- 1) ознакомиться с методиками определения концентрации хрома, меди в воде на приборе КФК-3-01;
- 2) приготовить стандартные растворы, для построения градуированного графика;
- 3) Определить концентрацию ионов хрома и меди в неизвестном образце воды;
- 4) подготовить отчет по работе.

Методика выполнения работы

1. Подготовить фотометр к работе в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

2. Выбрать рабочие условия фотометрирования. Для этого строят спектр светопоглощения в координатах: оптическая плотность – длина волны

Длина волны (λ), нм	470	500	550	600	620	650
-------------------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Оптическая плотность (A)						
--------------------------------	--	--	--	--	--	--

Дальнейшие фотометрические измерения проводят при λ , при которой значение оптической плотности максимально

3. Определение хрома в воде.

Готовят 5 эталонных растворов с содержанием хрома 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 мг/мл.

Для этого в пять мерных колб вместимостью 25,0 см³ вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ стандартного раствора дихромата калия, 10 см³ воды, 1 см³ серной кислоты, 0,5 см³ раствора дифенилкарбазида.

Содержимое колб разбавляют водой до метки. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Фотометрируют в кюветах с $l = 3,0$ см при $\lambda = 525$ нм и выбранном значении силы тока и строят градуировочный график $A = f(c)$.

Для определения хрома в анализируемом растворе в мерную колбу вместимостью 25,0 см³ вводят аликвоту этого раствора. С раствором проводят те же операции и в той же последовательности, что и при приготовлении растворов, используемых для градуировки. Раствор фотометрируют в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. Затем по значению оптической плотности исследуемого раствора A_x с помощью графика находят соответствующее ей значение концентрации.

4. Определение меди в воде.

Готовят 6 эталонных растворов с содержанием меди (II) 0,0005; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,01 М.

Для этого в шесть мерных колб вместимостью 25,0 см³ вносят 0,25; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 стандартного раствора меди. В каждую из колб добавляют по 3 см³ раствора аммиака. Растворы разбавляют дистиллированной водой до меток.

В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Фотометрируют в кюветах с $l = 3,0$ см при $\lambda = 620$ нм и строят градуировочный график $A = f(c)$.

Для определения неизвестной концентрации ионов меди в растворе в мерную колбу вместимостью 25,0 см³ вводят аликвоту анализируемого раствора и разбавляют водой до метки. Раствор фотометрируют в тех же условиях, что и при построении градуировочного графика. Затем по значению оптической плотности исследуемого раствора A_x с помощью графика находят соответствующее ей значение концентрации.

Требования к оформлению отчета

Отчет о работе должен включать:

- название выполняемой работы,
- цель;
- перечисление оборудования и реактивов;
- порядок и ход выполнения фотометрических определений концентраций хрома и меди в воде;
- градуировочные графики $A = f(c)$;
- вывод.

Контрольные вопросы

1. Какие действия необходимо выполнить для работы на фотометре перед началом фотометрических измерений?
2. Каким образом можно определить концентрацию ионов хрома в неизвестном образце воды с использованием градуировочного графика?
3. Какой реагент используется для определения концентрации хрома и почему выбран именно этот реагент?
4. Как происходит определение концентрации меди (II) в виде аммиачного комплекса и какие химические реакции при этом происходят?
5. Какие основные этапы нужно выполнить для проведения анализа по определению концентрации меди (II) в образце воды?
6. Как можно убедиться в правильности результатов определения концентрации ионов хрома и меди в воде?
7. Какие факторы могут повлиять на точность и достоверность результатов фотометрического анализа?
8. Какие могут быть потенциальные источники ошибок при выполнении фотометрических измерений в лабораторной работе?
9. Как можно проинтерпретировать полученные значения концентраций хрома и меди в воде с помощью фотометрического анализа?
10. Какие другие методы анализа можно применить для определения концентрации тяжелых металлов в воде, помимо фотометрического метода?
11. Каковы преимущества использования фотометрического анализа для определения концентрации ионов в воде по сравнению с другими методами?
12. Каким образом подготовить образцы для фотометрического анализа и как обеспечить их стабильность и однородность?
13. Как можно провести калибровку фотометра перед началом измерений и почему это важно для точности результатов?

14. Какова практическая значимость полученных результатов анализа концентрации тяжелых металлов в воде с помощью фотометрического метода?