

Теория к работе «Определение железа методом градуировочной кривой» (ФЭК)

В работе нужно будет определить содержание железа в пробе воды методом фотоколориметрии.

Количественное определение железа важно при исследовании процессов коррозии в металлических и железобетонных конструкций, а также при анализе сырья для производства строительных материалов.

Фотоколориметрия относится к группе оптических методов, основанных на взаимодействии лучистой энергии и анализируемого вещества.

Фотоколориметрия основана на поглощении веществом энергии в видимой области электромагнитного спектра (область спектра с длиной волны от 400 до 800 нм).

Главным условием анализа в видимой области спектра является наличие цвета в анализируемой пробе. Поэтому метод и получил название «фотоколориметрия» - изменение цвета.

Содержание анализируемого вещества в пробе определяется по светопоглощению его окрашенного раствора.

Для измерений в видимой области спектра применяется фотоэлектроколориметр (ФЭК).

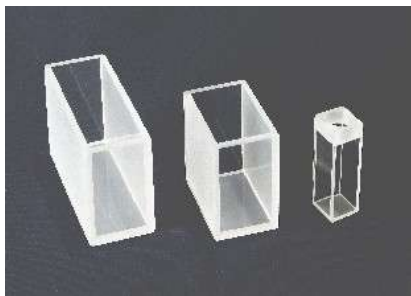


ФЭК состоит из 5 основных узлов:

- Источник излучения
- Монохроматор (светофильтр) (для разных элементов величина светофильтра различна. Например, для определения железа светофильтр должен быть выставлен на 490)
- Кювета с анализируемым раствором (заливается предварительно подготовленная к анализу окрашенная проба)
- Фотоэлемент (преобразует энергию фотонов в энергию электрического тока)

- Регистратор электрического тока

Анализируемый раствор помещается в кювету. Кювета представляет собой контейнер, сделанный из материала, хорошо пропускающего световые лучи. Материал для кювет может быть разным в зависимости от области электромагнитного спектра, где происходит измерение. Например, для видимой области спектра это стекло, для ультрафиолетовой – кварц.



Проходя через кювету с окрашенным раствором, интенсивность светового потока ослабевает за счет частичного отражения световых лучей от стенок кюветы и поглощения окрашенным раствором.

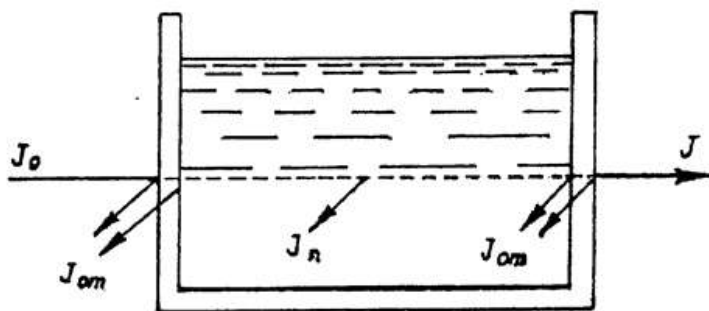


Рис. 4.1. Прохождение света через окрашенный раствор

$$J_0 = J + J_{от} + J_{п}$$

Таким образом, $J_0 > J$

Величина $D = \lg \frac{J_0}{J}$ называется оптической плотностью вещества.

Оптическая плотность – мера непрозрачности вещества для световых лучей. Для абсолютно прозрачного раствора $D=0$, для абсолютно непрозрачного $D \rightarrow \infty$.

Единой теоретической базой всех абсорбционных методов является закон **Бугера-Ламберта-Бера**.

$$D = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

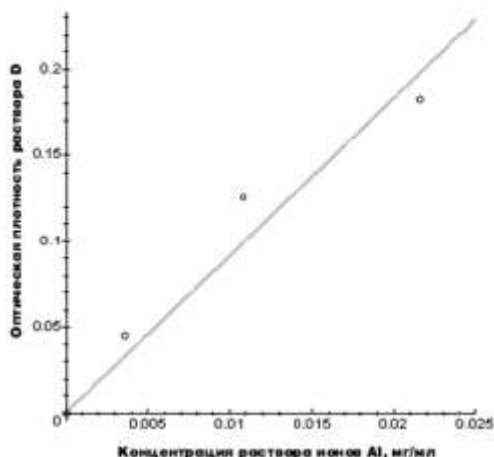
ε -молярный коэффициент светопоглощения (зависит от природы вещества, температуры растворителя и длины волны света)

c -концентрация поглощающего вещества, моль/л

l -толщина поглощающего слоя, см

Оптическая плотность растворов прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества и толщине поглощающего слоя.

Графически закон выражается в виде линейной зависимости оптической плотности от концентрации.

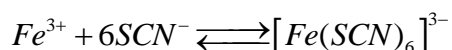


Закон справедлив только для монохроматического источника излучения (для одной и постоянной длины волны). Линейная зависимость наблюдается только в определенном интервале концентраций. Для каждого вещества имеется ПДК, выше которой начинается отклонение от этого закона.

Для окрашивания пробы слабоокрашенных растворов применяют **фотометрические реакции**, сопровождающиеся образованием или разрушением светопоглощающих соединений. Основными реагентами здесь являются комплексообразователи.

Большинство катионов металлов в водных растворах плохо поглощают световые лучи в видимой области спектра. Поэтому их путем химических реакций переводят в интенсивноокрашенные комплексы.

В нашей работе получен окрашенный в красный цвет ферророданидный комплекс:



Полученное соединение неустойчиво, т.к. роданид ионы в состоянии стояния проявляют восстановительные свойства и восстанавливают трехвалентное железо в двухвалентное. Поэтому для стабилизации этого соединения нужно добавить перекись водорода.

Т.к. растворы солей трехвалентного железа легко гидролизуются, то для подавления гидролиза необходимо создать кислую среду с помощью азотной кислоты.

Ход работы и сущность роданидного метода

Метод основан на способности ионов Fe^{3+} образовывать с роданид ионом ряд комплексов, окрашенных в кроваво-красный цвет : $Fe^{3+} + n SCN^{-} \rightleftharpoons Fe(SCN)_n^{3-n}$

Число ионов роданида n может меняться от 1 до 6. В этой работе берется избыток роданид ионов. Примесь двухвалентного железа, имеющегося в растворе, переводят в трехвалентное добавлением персульфата аммония. Для подавления гидролиза солей железа (III) создают кислую среду с помощью азотной кислоты. Для стабилизации роданидных комплексов добавляют пероксид водорода, и растворы готовят непосредственно перед колориметрированием, так как окраска растворов неустойчива. В данном методе анализа используется градуировочная кривая. Эта кривая строится по серии стандартных растворов соли железа. Она выражает зависимость оптической плотности от концентрации.

Ход работы: 1. Приготовление серии стандартных растворов. В мерные колбы на 100 мл помещают, используя градуированную пипетку, последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 10,0; 12,0 мл исходного раствора железа, довести до метки дистиллированной водой, закрыть пробкой и перемешать опрокидыванием колбы.

В пронумерованные конические колбы взять пипеткой на 20 или 25 мл каждого раствора, прибавить к ним по 1 мл азотной кислоты и по несколько кристалликов персульфата аммония. Выдержать 10 минут.

Добавить в каждый раствор по 5 мл 10 % раствора роданида аммония и по 2 капли пероксида водорода, перемешать смеси.

Начиная с самого разбавленного, поместить раствор в кювету фотоколориметра и колориметрировать с синим светофильтром (470-500 нм).

Рассчитать концентрацию каждого раствора по формуле: $C_{\text{мг/л}} = \frac{A \cdot V \cdot 1000}{100}$, где A – концентрация стандартного раствора; V – объем стандартного раствора.

По полученным значениям оптической плотности и концентрации растворов строят на миллиметровой бумаге калибровочный график зависимости D от C , откладывая по оси абсцисс концентрацию, а по оси ординат – оптическую плотность.

2. Получите контрольный раствор и приготовьте окрашенный раствор по такой же схеме, как и при приготовлении стандартной серии. Измерьте оптическую плотность. Отложите это значение на оси ординат построенного графика. Проведите по линейке параллельную оси абсцисс линию до пересечения с калибровочной прямой, опустите из точки пересечения перпендикуляр на ось абсцисс. Найдите, таким образом, концентрацию контрольного раствора.

