

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
“УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ”**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ  
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ:  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ  
НЕОРГАНІЧНИХ ДОМІШОК У ВОДІ  
З ДИСЦИПЛІН «ОЧИСТКА СТІЧНИХ ВОД»  
ТА «ХІМІЯ І ТЕХНОЛОГІЯ КОНДИЦІОНУВАННЯ ВОДИ»  
СПЕЦІАЛЬНОСТІ: «ЕКОЛОГІЯ ТА ОХОРОНА НАВКОЛИШНЬОГО  
СЕРЕДОВИЩА»  
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ДЕННОЇ ТА ЗАОЧНОЇ ФОРМ НАВЧАННЯ**

Розроблені у рамках  
Міжнародного проекту



**Water Harmony**

[www.waterh.net](http://www.waterh.net)

Email: [post@waterh.net](mailto:post@waterh.net)

**Дніпропетровськ УДХТУ 2015**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
“УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ”

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ  
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ:  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ  
НЕОРГАНІЧНИХ ДОМІШОК У ВОДІ  
З ДИСЦИПЛІН «ОЧИСТКА СТІЧНИХ ВОД» ТА «ХІМІЯ І ТЕХНОЛОГІЯ  
КОНДИЦІОНУВАННЯ ВОДИ»  
СПЕЦІАЛЬНОСТІ: «ЕКОЛОГІЯ ТА ОХОРОНА НАВКОЛИШНЬОГО  
СЕРЕДОВИЩА»  
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ДЕННОЇ ТА ЗАОЧНОЇ ФОРМ НАВЧАННЯ

Затверджено на засіданні  
кафедри ТНР та Е.  
Протокол № 1 від 30.08.2014.

Дніпропетровськ УДХТУ 2015

Методичні вказівки до лабораторного практикуму: Спектрофотометричні методи визначення концентрації неорганічних домішок у воді з дисциплін «Очистка стічних вод» та «Хімія і технологія кондиціонування води» спеціальності: «Екологія та охорона навколишнього середовища» для студентів денної та заочної форм навчання / Укл.: О.В. Груздєва, Р.В. Смотраєв. – Дніпропетровськ: ДВНЗ УДХТУ, 2015. – 40 с.

Укладачі: О.В. Груздєва, кандидат хімічних наук  
Р.В. Смотраєв, кандидат технічних наук

Відповідальний за випуск О.А. Півоваров, доктор технічних наук

#### Навчальне видання

Методичні вказівки до лабораторного практикуму:  
Спектрофотометричні методи визначення концентрації  
неорганічних домішок у воді з дисциплін «Очистка стічних вод» та  
«Хімія і технологія кондиціонування води»  
спеціальності: «Екологія та охорона навколишнього середовища»  
для студентів денної та заочної форм навчання

Укладачі: ГРУЗДСВА Олена Володимирівна  
СМОТРАЄВ Роман Васильович

Редактор Л.М. Тонкошкур  
Коректор Л.Я. Гоцуцова

Підписано до друку 29.01.15. Формат 60×84 1/16. Папір ксерокс. Друк різнограф.  
Умов.-друк. арк. 1,88. Облік.-вид. арк. 1,93. Тираж 100 прим. Замовлення № 83.  
Свідоцтво ДК № 303 від 27.12.2000.

---

ДВНЗ УДХТУ, 49005, м. Дніпропетровськ-5, просп. Гагаріна, 8.

---

Видавничо-поліграфічний комплекс ІнКомЦентру

## ЗМІСТ

ВСТУП.....	5
1 ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИХ МЕТОДІВ АНАЛІЗУ .....	6
1.1 Утворення аналітичних форм. Фотометричні реагенти .....	7
1.2 Фотометричні методи визначення концентрації розчинів .....	9
2 КЕРІВНИЦТВО З ЕКСПЛУАТАЦІЇ СПЕКТРОФОТОМЕТРА UV-5800PC.....	11
2.1 Принцип роботи спектрофотометра UV-5800PC .....	11
2.2 Структура програмного забезпечення та режими роботи .....	12
2.3 Основні дії при вимірюванні .....	13
2.4 Основні дії при вимірюванні у Базовому режимі (Basic Mode) .....	14
2.5 Основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі (Quantitative).....	15
2.6 Правила роботи з кюветами .....	20
3 МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ .....	21
Лабораторна робота № 1. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАЛІЗА З СУЛЬФОСАЛЦИЛОВОЮ КИСЛОТОЮ .....	21
Лабораторна робота № 2. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАГАЛЬНОГО ЗАЛІЗА ЗА ДОПОМОГОЮ ОРТОФЕНАНТРОЛІНУ .....	24
Лабораторна робота № 3. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАГАЛЬНОГО ЗАЛІЗА ЗА ДОПОМОГОЮ 2,2-ДИПРИДИЛУ .....	26
Лабораторна робота № 4. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МАРГАНЦЮ З ВІДОКРЕМЛЕННЯМ ХЛОРИОНА СПІВОСАДЖЕННЯМ З ГІДРООКИСОМ МАГНІЮ (Метод А).....	28
Лабораторна робота № 5. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МАРГАНЦЮ З ВИДАЛЕННЯМ ХЛОРИОНА ВИПАРЮВАННЯМ З СІРЧАНОЮ КИСЛОТОЮ (Метод Б) .....	30
Лабораторна робота № 6. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МІДІ З ДІЕТИЛДИТІОКАРБАМАТОМ НАТРІЮ .....	31
Лабораторна робота № 7. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МІДІ З РЕАГЕНТОМ ПІКРАМІН-ЕПСІЛОН .....	33
Лабораторна робота № 8. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ АЛЮМІНІЮ З АЛЮМІНОНОМ .....	35
Лабораторна робота № 9. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МОЛІБДЕНУ .....	38
Лабораторна робота № 10. ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ ЦИНКУ ЗА ДОПОМОГОЮ ДИТИЗОНУ .....	39
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ .....	43

## ВСТУП

Стічні води підприємств скидаються у міські каналізаційні мережі, при цьому правила, за якими дозволяється скидати стічні води, регламентуються низкою державних документів: Водний Кодекс України, Закон України «Про охорону навколишнього природного середовища», Закон України «Про питну воду та питне водопостачання», Постанова Верховної Ради України від 05.03.1998 р. № 188/98-ВР «Основні напрями державної політики України у галузі охорони довкілля, використання природних ресурсів та забезпечення екологічної безпеки», Постанова Кабінету Міністрів України від 25.03.1999 р. № 465 «Правила охорони поверхневих вод від забруднення зворотними водами», Наказ Державного комітету будівництва, архітектури та житлової політики України від 19.02.2002 р. № 37 «Правила приймання стічних вод підприємств у комунальні та відомчі системи каналізації населених пунктів України», «Санітарні правила і норми охорони поверхневих вод від забруднення». СанПіН 4630-88 тощо.

Відповідно до нормативних документів категорично забороняється скидати в міську каналізаційну мережу:

- кислоти, розчинники, розчини, які містять або утворюють при змішуванні зі стічними водами сірководень, сірковуглець, оксид вуглецю, ціаністі сполуки, легколеткі вуглеводні та інші токсичні, горючі та вибухонебезпечні речовини;

- концентровані регенераційні, маточні та кубові розчини, а також конденсат, нормативно чисті, дренажні, поливально-мийні та дощові води;

- стічні води, в яких містяться радіоактивні, токсичні речовини, солі важких металів і бактеріальні забруднення, у т.ч. стічні води інфекційних лікувальних закладів і відділень;

- стічні води підприємств, взаємодія яких може призвести до утворення емульсій, токсичних або вибухонебезпечних газів, а також великої кількості нерозчинних у воді речовин.

Такі стічні води перед випуском у каналізацію населеного пункту повинні бути знешкоджені та знезаражені на локальних очисних спорудах з обов'язковою утилізацією або похованням утворених осадів. При цьому підприємства зобов'язані здійснювати контроль за кількістю та якістю стічних вод, які вони скидають до системи міської каналізації. Перелік забруднень, на наявність яких проводиться аналіз, та періодичність контролю встановлюються Водоканалом. За наявності локальних очисних споруд підприємства повинні здійснювати кількісний та якісний контроль стічних вод та очищених стічних вод. Місця та періодичність відбору проб підприємствами мають бути погоджені з Водоканалом, а методики проведення аналізів – з органами державного нагляду.

Підприємства згідно з Постановою Кабінету Міністрів України від 30.03.1998 р. № 391 «Про затвердження Положення про державну систему моніторингу навколишнього природного середовища» зобов'язані збирати і безстроково зберігати первинні дані про якість стічних вод, обробляти,

узагальнювати та безоплатно надавати додатково до форм статистичної звітності дані спостережень та іншу інформацію на запит органів державної виконавчої влади. Результати аналізів стічних вод і замірів їх витрат повинні фіксуватися в робочих журналах, які зберігаються на підприємстві безстроково.

З вимогами до складу та властивостей стічних вод підприємств для безпечного їх відведення каналізаційною мережею та допустимими величинами показників якості стічних вод і води водойм можна ознайомитися більш детально в наведених вище документах.

Отже, жорсткі вимоги до вмісту неорганічних речовин у стічних водах, що скидаються до каналізації потребує використання швидких та точних інструментальних методів аналізу, таких як, спектрофотометричні методи.

Ці методичні вказівки направлені на опанування студентами спектрофотометричного аналізу неорганічних домішок у воді за допомогою спектрофотометра UV-5800PC.

## **1 ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИХ МЕТОДІВ АНАЛІЗУ**

СПЕКТРОФОТОМЕТРІЯ – метод аналізу, що базується на визначенні спектра поглинання або вимірюванні світлопоглинання при певній довжині хвилі, яка відповідає максимуму кривої поглинання досліджуваної речовини. Спектрофотометрію використовують для ідентифікації сполук, дослідження складу, будови і кількісного аналізу індивідуальних речовин і багатокомпонентних систем. Аналіз здійснюють за поглинанням речовинами монохроматичного випромінювання у видимій, ультрафіолетовій (УФ) та інфрачервоній (ІЧ) ділянках спектра.

Джерелом УФ-випромінювання служать воднева або дейтерова лампа. Ці джерела випромінюють суцільний спектр в інтервалі 180÷375 нм (ближнє УФ-випромінювання).

Джерелом видимого та ближнього ІЧ-випромінювання служить лампа розжарювання з вольфрамовою ниткою, що випромінює суцільний спектр в області 315÷1100 нм.

Об'єктами вимірювань є розчини. Аналітичним сигналом у даному методі є оптична густина ( $A$  або  $D$ ), що характеризує поглинальну здатність речовини і дорівнює

$$A = \log I_0/I, \quad (1.1)$$

де  $I_0$  – інтенсивність падаючого світла;

$I$  – інтенсивність світла, що пройшло через розчин.

При постійній довжині хвилі існує залежність між оптичною густиною, концентрацією речовини в досліджуваному розчині (лише прозорі розчини) і товщиною поглинаючого шару, що описується законом Бугера-Ламберта-Бера. Якщо на шар розчину товщиною  $l$  падає світловий потік з інтенсивністю  $I_0$  і в

результаті поглинання світла речовиною інтенсивність минулого світлового потоку  $I$  зменшується (рис. 1.1), то по закону Бугера-Ламберта-Бера маємо:

$$A = \varepsilon_i \cdot C_i \cdot l = -\log I/I_0, \quad (1.2)$$

де  $\varepsilon_i$  – молярний коефіцієнт світло-поглинання при заданій довжині хвилі  $\lambda$ , ( $\text{л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ );

$C_i$  – молярна концентрація поглинаючої речовини в розчині, моль/л.

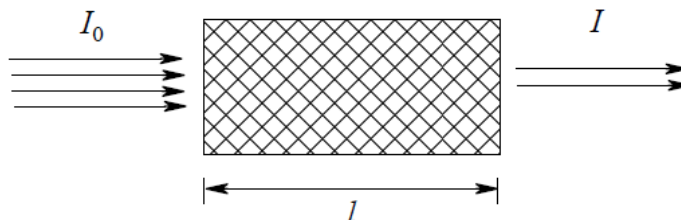


Рисунок 1.1 – Схема проходження світлового потоку через шар розчину

Відношення  $I/I_0$  називають пропусканням і позначають  $T$  ( $0 \leq T \leq 1$ ). Величина пропускання зазвичай виражається в %. Якщо в розчині знаходиться суміш речовин, що поглинають світло, то дотримується закон адитивності світлопоглинання – оптична густина суміші речовин ( $A_{\text{суміші}}$ ) дорівнює сумі оптичної густини компонентів ( $A_i$ ):

$$A_{\text{суміші}} = \sum A_i. \quad (1.3)$$

Оптимальною довжиною хвилі світла є та довжина  $\lambda_{\text{max}}$ , при якій спостерігається максимальне світлопоглинання  $A_{\text{max}}$ . Для вибору довжини хвилі за допомогою спектрофотометра вимірюють оптичну гуστину розчину при різних довжинах хвиль, починаючи з 180 нм і закінчуючи 1100 нм. За отриманими даними будують графік залежності оптичної густини від довжини хвилі – спектр поглинання або крива поглинання. Для подальших вимірювань вибирають ту довжину хвилі, при якій оптична густина максимальна.

### 1.1 Утворення аналітичних форм. Фотометричні реагенти

Зазвичай загальна схема спектрофотометричного аналізу включає два обов'язкових етапи (у виняткових випадках вимірюють оптичну гуστину безпосередньо розчинів речовин, молекули яких здатні до поглинання світла у видимій області спектра, дещо частіше в УФ-області):

1) утворення аналітичної форми при додаванні до аліквоти проби досліджуваної речовини буферного розчину і розчину фотометричного (хромогенного) реагенту, при цьому відбувається реакція з утворенням забарвлених сполук;

2) фотометрування отриманого забарвленого розчину аналітичної форми.

У спектрофотометричному аналізі застосовуються різні за природою фотометричні реагенти, які утворюють із досліджуваними речовинами такі

продукти реакцій:

- 1 хелатні (внутрішньо комплексні) сполуки іонів металів;
- 2 сполуки іонів металів з кислотними та основними органічними барвниками;
- 3 різнолігандні комплексні сполуки та іонні асоціати;
- 4 монолігандні комплекси металів з неорганічними лігандами і гетерополісполуками.

Всі фотометричні (органічні) реагенти мають хромофорні групи атомів, які поглинають кванти світла певних довжин хвиль за рахунок електронних переходів з основного стану у збуджений та обумовлюють виборчу дію фотометричних реагентів. Приклади деяких поширених хромогенних реагентів наведені нижче.

N-гетероциклічні азосполуки мають хромофорну групу етанольний гідроксил ( $-OH$ ): 1-(2-піріділазо)-2-нафтол (ПАН) та 4-(2-піріділазо)резорцин (ПАР). Комплекси металу з ПАН не заряджені, малорозчинні у воді та екстрагуються неполярними розчинниками – хлороформом або бензолом. ПАН застосовується для екстракційно-фотометричного визначення іонів  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  та ін. (ПАР) утворює забарвлені комплекси з іонами  $Cu^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$  і  $Ti^{3+}$  в сірчаноокислих розчинах, а в ацетатних розчинах (рН від 3 до 6) з іонами  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  і  $Mn^{2+}$ .

Арсенові азосполуки (Арсеназо III) утворюють стійкі комплекси з рядом іонів металів навіть в досить кислому середовищі завдяки наявності арсонової групи ( $-AsO_3H_2$ ). У сильноокислих середовищах реагент взаємодіє лише з іонами Th, Zr, Hf, Sc, актиноїдів і лантанойдів, V, Ca, Ba, Be та деяких інших елементів.

Похідні тріфенілметану (пірокатехіновий фіолетовий, хромазурол S, еріохромціанін R, ксиленоловий помаранчевий) також мають хромофорну групу етанольний гідроксил ( $-OH$ ). Вони інтенсивно забарвлені і можуть бути використані як фотометричні реагенти для визначення мікроконцентрацій іонів  $Al^{3+}$ ,  $Be^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  та ін.

Катіонні (основні) фарбники (малахітовий зелений, діамантовий зелений, родамін В, метиленовий синій і ін.) утворюють іонні асоціати (іонні пари) з V, Ga, Sb та ін., які екстрагуються неполярними розчинниками. Формою, в якій молекула фарбника входить до складу іонного асоціату, є однозарядний катіон.

Дитизон (діфенілтіокарбазон,  $H_2Dz$ ) – поширений реагент для високочутливого визначення іонів  $Pb^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Pd^{2+}$  і ін. Дитизон (характерна хромофорна група  $-N=C-SH$ ) часто застосовують для екстракційного виділення іонів металів перед їх визначенням.

У спектрофотометричній практиці відносно широке поширення для визначення іонів металів знайшов фотометричний реагент діетилдитіокарбамат натрію (Na-ДДТК) завдяки своїй хромофорній групі  $-C(=S)-SH$ . З Na-ДДТК найінтенсивніше забарвлені комплекси утворюють  $Cu(II)$  і  $Mn(II)$ .



## 1.2 Фотометричні методи визначення концентрації розчинів

Вимірювання оптичної густини досліджуваного розчину завжди проводять відносно до розчину порівняння (нульового (контрольного) розчину). У якості розчину порівняння використовують аліквотну частину досліджуваного розчину, що містить усі добавлені компоненти, окрім фотометричного реагенту. У випадку, коли фотометричний реагент і усі інші компоненти розчину порівняння безбарвні, то для порівняння можливо використовувати дистильовану воду.

### 1) Метод градуювального графіка

Готують серію стандартних розчинів з різним вмістом компонента, який визначається, і вимірюють їх оптичну густину при вибраній довжині хвилі і товщині шару. Необхідно, щоб вибраний інтервал концентрації відповідав області можливих змін концентрацій аналізованих розчинів. Будують градуювальний графік у координатах  $A$  від  $C$ . В разі підпорядкування закону Бугера-Ламберта-Бера графік є прямою (рис. 1.2), що проходить через початок координат. Вимірюють оптичну густину досліджуваного розчину  $A_x$  і по графіку знаходять концентрацію  $C_x$  речовини в розчині.

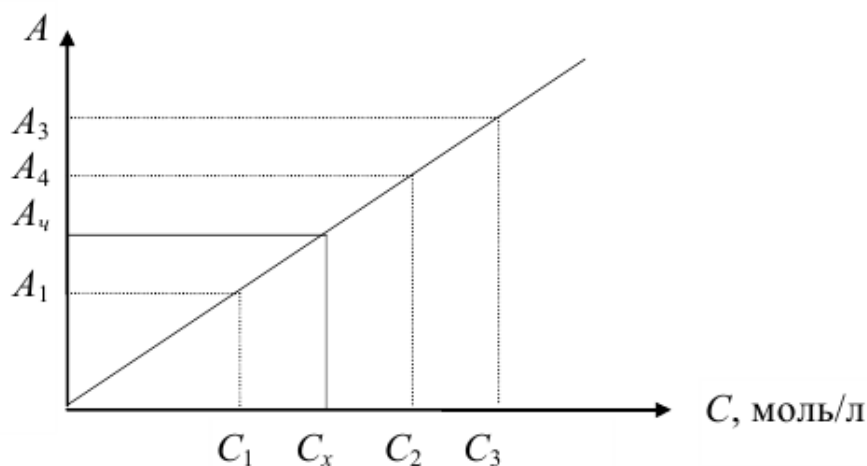


Рисунок 1.2 – Градуювальний графік

При побудові градуювального графіка розрізняють три варіанти:

- графік для стандартних розчинів, що не містять сторонні речовини, побудований за оптимальних умов;
- графік, побудований у присутності окремих сторонніх компонентів;
- графік, побудований за стандартними розчинами, що містять всі компоненти аналізованих об'єктів.

### 2) Метод стандартного розчину (метод порівняння)

В цьому методі порівнюють поглинання досліджуваного розчину і стандартного  $A_{ст.}$  з відомою концентрацією. Розрахунок концентрації  $C_x$  проводять за формулою з огляду на закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$C_x = \frac{A_x \cdot C_{ст.}}{A_{ст.}} \quad (1.4)$$

Вимірювання проводять з декількома стандартними розчинами, близькими за концентрацією до досліджуваного, та усереднюють  $C_x$ . Цей спосіб вимагає строгого підпорядкування поглинання закону Бугера-Ламберта-Бера.

### 3) Метод добавок

В цьому методі спочатку вимірюють оптичну густину аналізованого розчину  $A_x$ , об'єм якого дорівнює  $V_x$ , далі додають у розчин невеликий об'єм розчину тієї ж речовини ( $V_0$ ) з відомою концентрацією  $C_0$  і знаходять оптичну густину  $A_{x+g}$  після добавки. За умови підпорядкування закону Бугера-Ламберта-Бера величину  $C_x$  розраховують з наступних рівнянь:

$$\frac{A_x}{A_{x+g}} = \frac{C_x}{C_x + C_g}; C_g = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_x + V_0}, \quad (1.5)$$

$$C_x = \frac{C_0 \cdot V_0}{\frac{A_{x+g}}{A_x} (V_x + V_0) - V_x}. \quad (1.6)$$

Метод добавок зазвичай застосовують для усунення дії сторонніх домішок, що заважають, а також у ряді випадків для оцінки правильності методики визначень. Цей метод дозволяє створити однакові умови для фотометрування досліджуваного розчину і розчину з добавкою, тому його доцільно застосовувати для визначення невеликих кількостей різних сполук у присутності великих кількостей сторонніх речовин. Метод добавок вимагає обов'язкового дотримання основного закону світлопоглинання.

*Питання для самоперевірки.*

- 1) На якому фізичному явищі базується спектрофотометричний метод аналізу?
- 2) В яких ділянках спектра проводять спектрофотометричні аналізи?
- 3) Яка величина є аналітичним сигналом у спектрофотометричному аналізі?
- 4) Наведіть Закон Бугера-Ламберта-Бера.
- 5) Що таке оптимальна довжина хвилі світла у спектрофотометричному аналізі?
- 6) Наведіть основні етапи спектрофотометричного аналізу.
- 7) Які аналітичні форми утворюються в спектрофотометричному аналізі?
- 8) З якою ціллю у спектрофотометричному аналізі використовують хромогенні реагенти? Наведіть приклади хромогенних реагентів.
- 9) Що таке хромофорна група?
- 10) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом градувального графіка?
- 11) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом стандартного розчину (метод порівняння)?
- 12) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом добавок?

## 2 КЕРІВНИЦТВО З ЕКСПЛУАТАЦІЇ СПЕКТРОФОТОМЕТРА UV-5800PC

### 2.1 Принцип роботи спектрофотометра UV-5800PC

Спектрофотометр UV-5800PC складається з п'яти частин:

- галогенна або дейтерова лампа, як джерело світла;
- монохроматор для відділення необхідної довжини хвилі та усунення небажаного випромінювання другого порядку;
- кюветне відділення для розчину зразка;
- детектор для реєстрації пропущеного світла і перетворення його в електричний сигнал;
- цифровий дисплей для відображення поглинання і пропускання світлового пучка.

Нижче наведена блок-схема (рис. 2.1), що показує взаємозв'язок між цими частинами. У спектрофотометрі світло від лампи фокусується на вхідній щілині монохроматора, де коліматор (дзеркало) направляє світловий пучок на дифракційні решітки. Дифракційні решітки розкладають світловий пучок для отримання спектра, частина якого фокусується на вихідній щілині монохроматора коліматором. Далі світловий пучок проходить до кюветного відділення крізь фільтр, який усуває небажане випромінювання другого порядку з дифракційних решіток. Пройшовши кюветне відділення світловий пучок потрапляє на кремнієвий фотодіодний детектор де продукує електричний сигнал, що відображується на цифровому дисплеї.



Рисунок 2.1 – Блок-схема роботи спектрофотометра

#### Технічні характеристики спектрофотометра UV-5800PC

Спектральний діапазон довжин хвиль	190-1100 нм
Спектральна ширина щілини	2 нм
Точність установки довжини хвилі	±0,5 нм
Відтворюваність установки довжини хвилі	0,3 нм
Установка довжини хвилі	Auto
Фотометрична точність	±0,3%Т
Фотометрична відтворюваність	0,2%Т
Фотометричний діапазон	0-200%Т, -0,3-3,0А
Дрейф нульової лінії	0,002А/год при 500 нм
Розсіяне світло (перешкоди променевої енергії)	≤0,05%Т при 220 нм, 360 нм

Джерела світла	Дейтерова лампа і вольфрамова галогенна лампа
Датчик	Кремнієвий фотодіод
Електроживлення	220 В при 50 Гц або 110 В при 60 Гц
Дисплей	Рідкокристалічний, 128×64 пікселів
Порт виведення даних	USB порт
Порт принтера	Паралельний порт

## 2.2 Структура програмного забезпечення та режими роботи

Структуру каталогу головного меню для роботи з програмним забезпеченням UV-5800PC наведено на рис. 2.2.

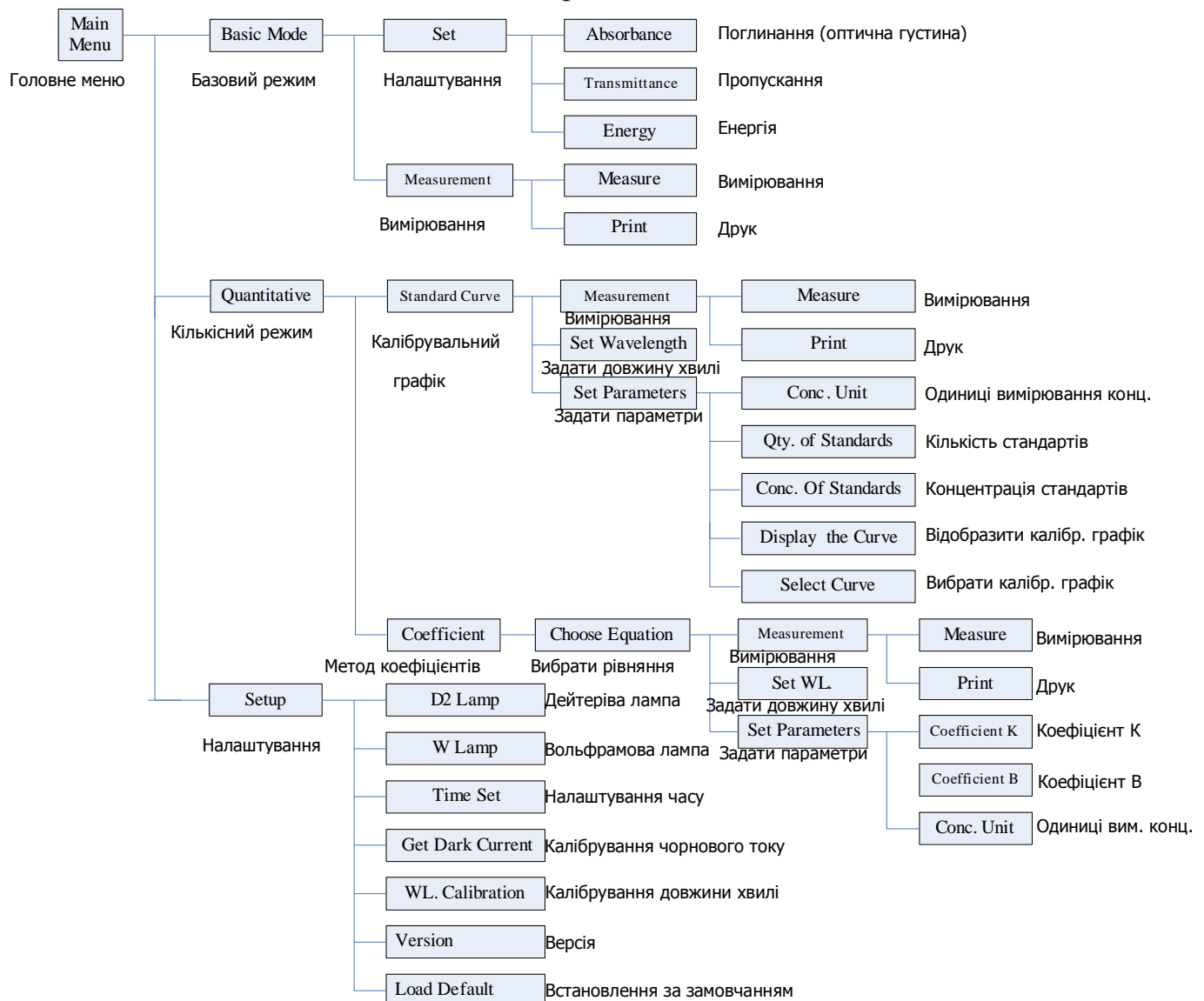


Рисунок 2.2 – Древо каталогу Головного меню

Вбудоване програмне забезпечення складається з трьох режимів:

- 1) Базовий режим (Basic Mode);
- 2) Кількісний режим (Quantitative);

### 3) Системні функції (System Functions).

Базовий режим (**Basic Mode**). Вимірювання оптичної густини, пропускання або енергії на заданій довжині хвилі. Результати вимірювань можуть бути записані на оперативній пристрій (RAM).

Кількісний режим (**Quantitative**). Вимірювання за калібрувальним графіком або за методом коефіцієнтів.

*Калібрувальний графік (Standard Curve Method)*. Введіть дані калібрувальної прямої, використовуючи стандартні розчини з відомою концентрацією; використовуйте цей калібрувальний графік для визначення зразків з невідомою концентрацією. Графіки і результати тестів можуть бути записані на RAM.

*Метод коефіцієнтів (Coefficient Method)*. Введіть значення коефіцієнтів рівняння прямої і потім розрахуйте значення концентрації зразків.

Налаштування (**Setup**). Управління джерелами світла; Калібрування і т.д.  
**(!!!Увага! Проводиться тільки спеціалістами).**

## 2.3 Основні дії при вимірюванні

### 1. Вибір режиму фотометрії.

У головному меню (**Main menu**) виберіть режим роботи, використовуючи кнопки прокрутки, і натисніть **ENTER** для підтвердження.

### 2. Задання довжини хвилі.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) натисніть **GOTO  $\lambda$** , для вибору довжини хвилі використовуйте цифрову клавіатуру, потім натисніть **ENTER** для підтвердження і автоматичного встановлення нульової лінії (100%T/0Abs).

### 3. Задання параметрів.

Натисніть **SET**, щоб зайти в меню налаштування параметрів, кнопками прокрутки виберіть відповідне меню і введіть параметри, використовуючи цифрову клавіатуру, натисніть для підтвердження **ENTER**, натисніть **ESC** для повернення.

### 4. Встановлення позиції автоматичного тримача комірки.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) спочатку натисніть **CELL**, потім введіть 1-8, щоб розмістити відповідну комірку за світловим променем.

### 5. Видалення введеного значення.

Натисніть **CLEAR**, щоб видалити останній введений символ.

### 6. Видалення результатів тесту і збережених даних.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) натисніть **CLEAR**, щоб видалити результат тесту і збережені дані.

### 7. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

Встановіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть **ZERO**, щоб відкалібрувати нульову лінію (100%T/0Abs).

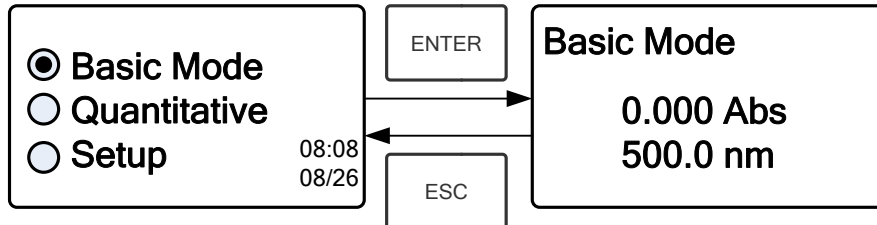
### 8. Вимірювання зразку.

Помістіть зразок у кюветну комірку і натисніть **START STOP** для вимірювання.

## 2.4 Основні дії при вимірюванні у Базовому режимі (Basic Mode)

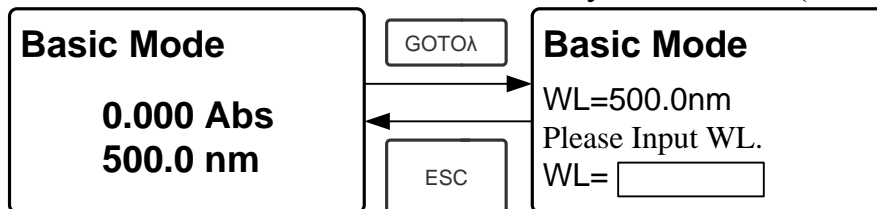
1. Перехід у меню Базового режиму.

У Головному меню (**Main menu**) виберіть Базовий режим роботи (**Basic Mode**), використовуючи кнопки прокрутки, і натисніть **ENTER** для підтвердження.



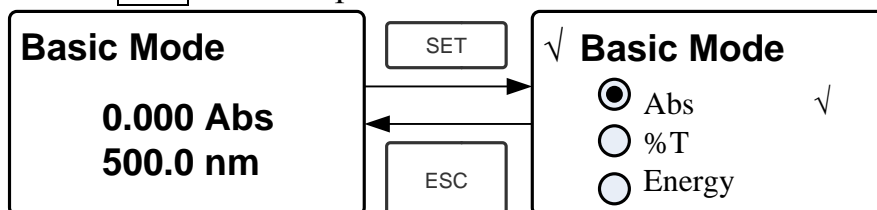
2. Задання довжини хвилі.

Натисніть **GOTO  $\lambda$** , для вибору довжини хвилі, натисніть **ENTER** для підтвердження та автоматичного встановлення нульової лінії (100%T/0Abs).



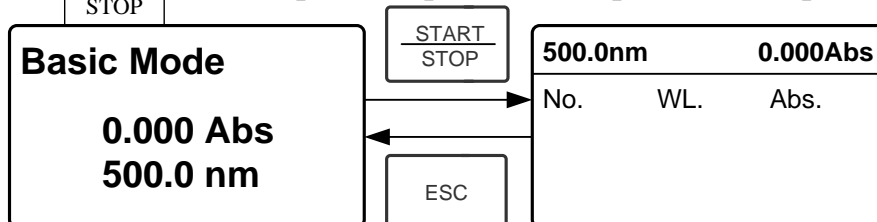
3. Задання режиму фотометрії.

Натисніть **SET**, щоб перейти в меню налаштування параметрів, кнопками прокрутки виберіть режим Abs, %T або Energy, натисніть для підтвердження **ENTER**. Натисніть **ESC** для повернення.



4. Перехід у режим почергових вимірювань (за необхідністю).

Натисніть **START STOP**, щоб перейти в режим почергових вимірювань.



5. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

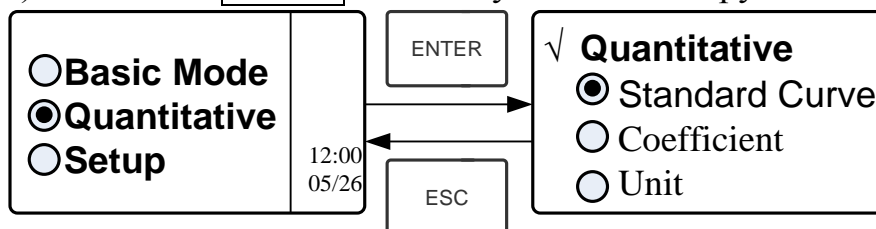
Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть **ZERO**, щоб відкалібрувати нульову лінію (100%T/0Abs).

8. Вимірювання зразку.

Помістіть зразок у кюветну комірку і натисніть **START STOP** для вимірювання. Результат буде виведений на екран пристрою. Автоматично результат буде записаний на оперативний запам'ятовуючий пристрій (RAM). Повторіть цю процедуру для вимірювання усіх зразків.

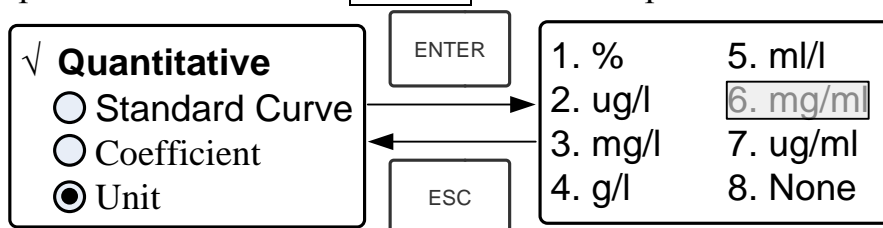
## 2.5 Основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі (Quantitative)

1. Перехід до кількісного режиму. У Головному меню (**Main menu**) використовуйте кнопки прокрутки, щоб вибрати Кількісний режим (**Quantitative**). Натисніть **ENTER** для входу в меню вибору кількісного методу.



2. Вибір одиниць вимірювання.

Виберіть Одиницю вимірювання (**Unit**), натисніть **ENTER**, щоб перейти до вибору одиниць вимірювання. Кнопками прокрутки виберіть необхідні одиниці вимірювання і натисніть **ENTER** для підтвердження.



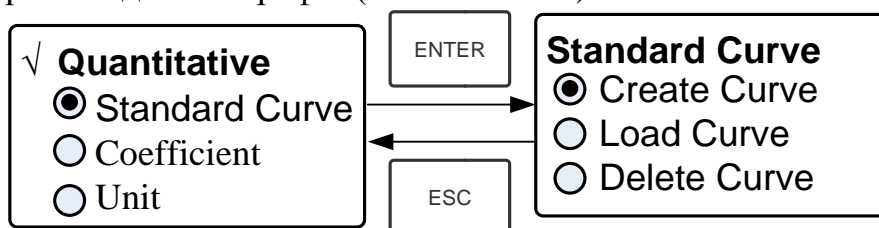
3. Вибір методу вимірювання.

Надається два методи для вибору: Калібрувальний графік (**Standard Curve**) і Метод коефіцієнтів (**Coefficient**).

3.1. Калібрувальний графік (**Standard Curve**).

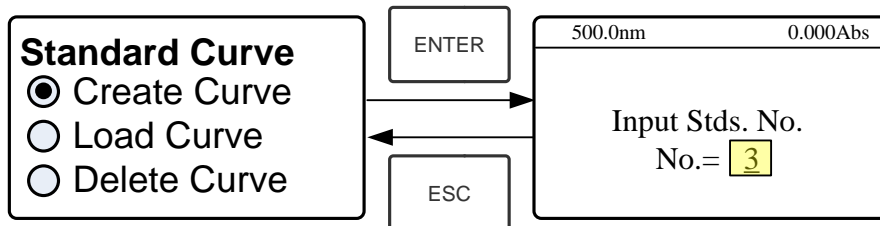
1. Перехід у меню калібрувального графіка (**Standard Curve**).

У меню Кількісний режим (**Quantitative**) кнопками прокрутки виберіть Калібрувальний графік (**Standard Curve**). Натисніть **ENTER** для переходу в підменю. Ви можете створити новий калібрувальний графік (**Create Curve**) або завантажити збережений (**Load Curve**). Якщо ви хочете видалити збережений графік, виберіть Видалити графік (**Delete Curve**).

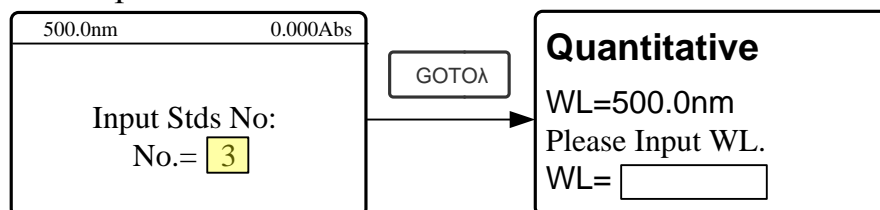


2. Задання довжини хвилі.

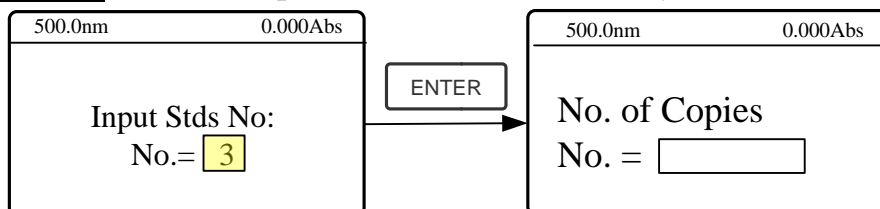
Виберіть курсором Створити пряму (**Create Curve**) та натисніть **ENTER** для переходу до вікна вибору кількості стандартних розчинів.



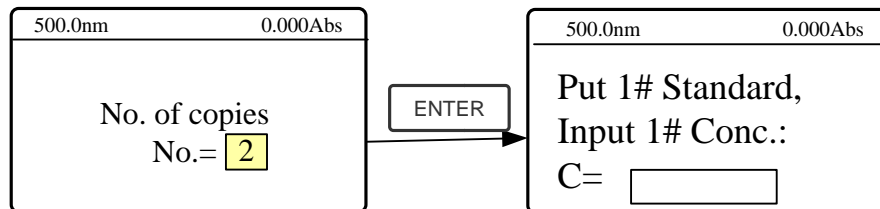
Натисніть **GOTO λ** для переходу у вікно вибору довжини хвилі, введіть значення довжини хвилі, використовуючи цифрову клавіатуру, і натисніть **ENTER** для підтвердження.



Використовуючи цифрову клавіатуру або кнопки прокрутки задайте кількість стандартних розчинів (наприклад, 6 стандартних розчинів), потім натисніть **ENTER** для підтвердження. З'явиться наступне вікно.



Використовуючи цифрову клавіатуру або кнопки прокрутки, задайте кількість повторів вимірів для кожного стандартного розчину, потім натисніть **ENTER** для підтвердження. З'явиться наступне вікно.

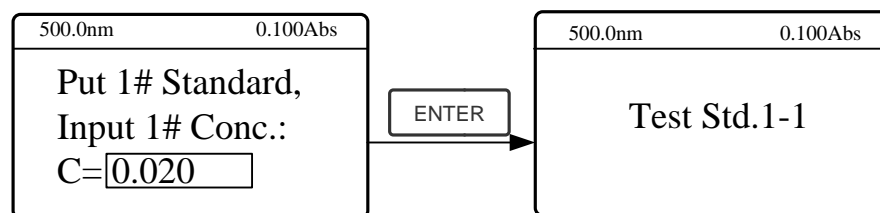


### 3. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть **ZERO** для калібрування нульової лінії.

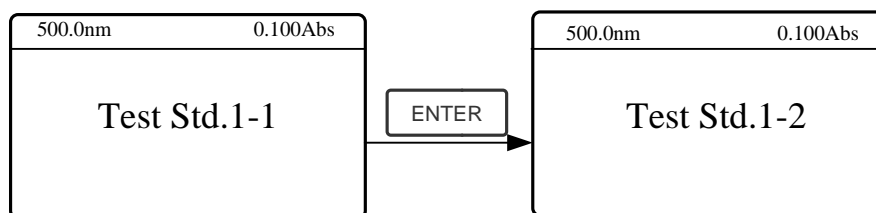
### 4. Введення значення концентрації стандартних розчинів.

Помістіть кювету з першим стандартним розчином (**1# Standard Sample**) на шляху проходження світла в кюветному відділенні і введіть значення концентрації цього розчину, натисніть **ENTER** для підтвердження. З'явиться наступне вікно.



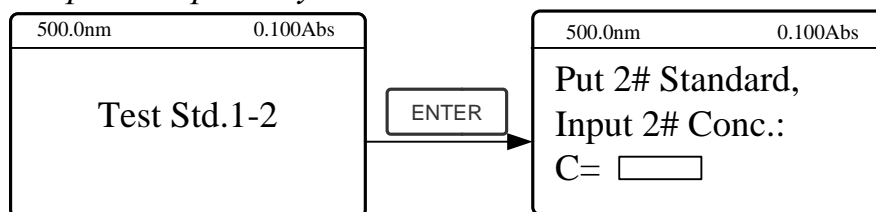


Натисніть **ENTER**, щоб почати перше вимірювання першого стандартного розчину, потім система видасть запит на повторне вимірювання першого розчину.



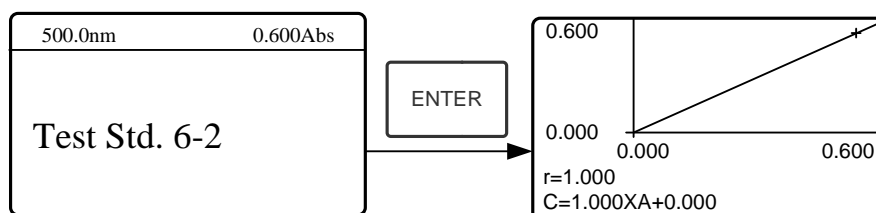
Натисніть **ENTER**, щоб провести повторний вимір першого стандартного розчину. Потім з'явиться наступне вікно.

*Примітка: Буде взято середнє значення двох вимірювань величини поглинання першого стандартного розчину.*



Помістіть кювету з другим стандартним розчином (**2# Standard Sample**) на шляху проходження світла в кюветному відділенні і введіть значення концентрації, потім натисніть **ENTER** для підтвердження.

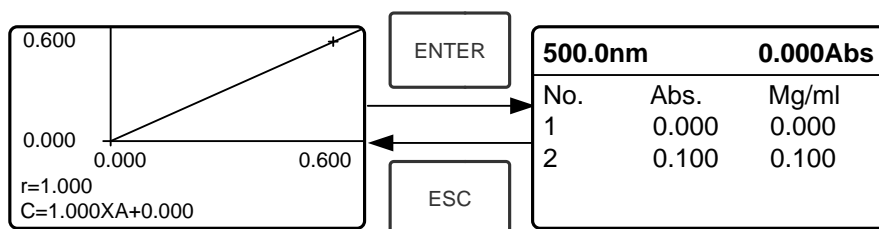
Аналогічно вимірюють всі стандартні розчини. Після вимірювання останнього стандарту, натисніть для підтвердження. Тоді Калібрувальний графік (**Standard Curve**) і рівняння прямої автоматично виведуться на дисплей. В цей же час рівняння прямої буде автоматично збережено на RAM.



*Примітка: Якщо буде допущено помилку під час процедури калібрування, система видасть сповіщення у вигляді трьох сигналів і автоматично повернеться до початкового вікна. Калібрувальна крива у такому разі не буде виведена на екран.*

### 5. Вимірювання зразку.

Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні і натисніть для того, щоб перейти в режим почергових вимірювань.

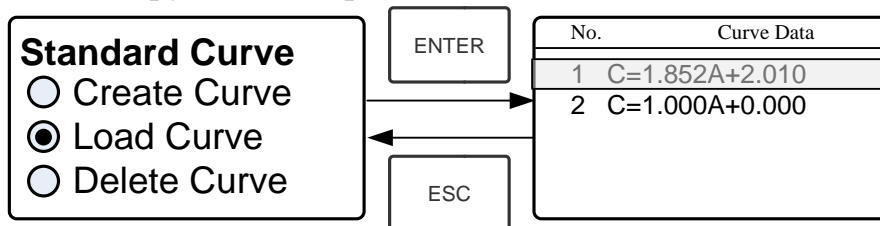


Помістіть зразок з невідомою концентрацією у кюветне відділення, натисніть для вимірювання START / STOP. Результати вимірювань виводитимуться на екран приладу один за другим та автоматично записуватимуться на RAM (можуть бути збережені значення вимірювань для 200 зразків).

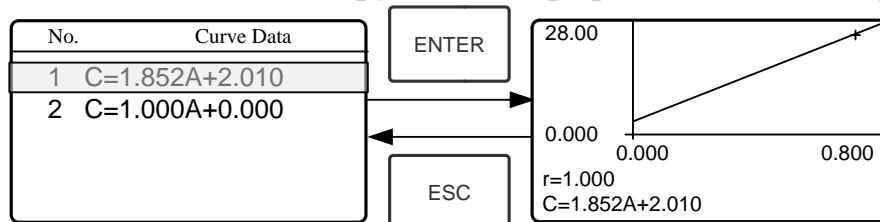
### 6. Завантаження калібрувального графіка.

Всі рівняння калібрувальних прямих автоматично зберігаються на RAM. Якщо ви хочете завантажити збережений графік, додержуйтесь інструкцій, описаних нижче.

Пересуваючи курсор, виберіть Завантажити калібрувальний графік (**Load Curve**) і натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться вікно із збереженими рівняннями для калібрувальних прямих.



Пересуваючи курсор, виберіть необхідне рівняння і натисніть ENTER для підтвердження. Відповідний калібрувальний графік з'явиться на екрані.

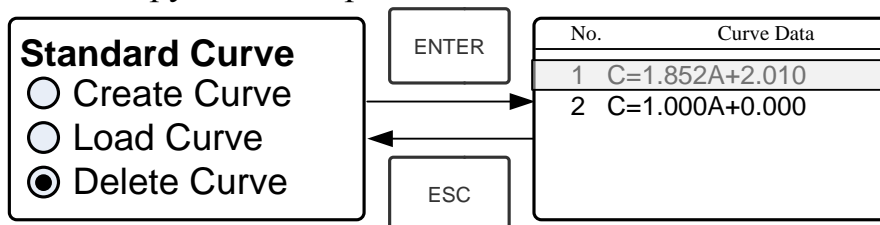


Натисніть ENTER для переходу в режим почергових вимірювань і почніть тестувати зразки.

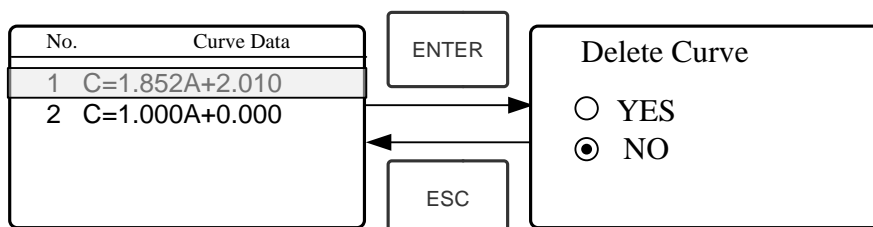
*Примітка: Коли ви завантажуйте збережені калібрувальні графіки, довжина хвилі буде автоматично виставлена на ту, яка була у момент створення цієї калібрувальної прямої.*

### 7. Видалення калібрувального графіка.

Розмістіть курсор на команді Видалити калібрувальний графік (**Delete Curve**) і натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться вікно із збереженими рівняннями для калібрувальних прямих.



Пересуваючи курсор, виберіть рівняння прямої, яке ви хочете видалити і натисніть ENTER, система запитає підтвердження цієї дії.

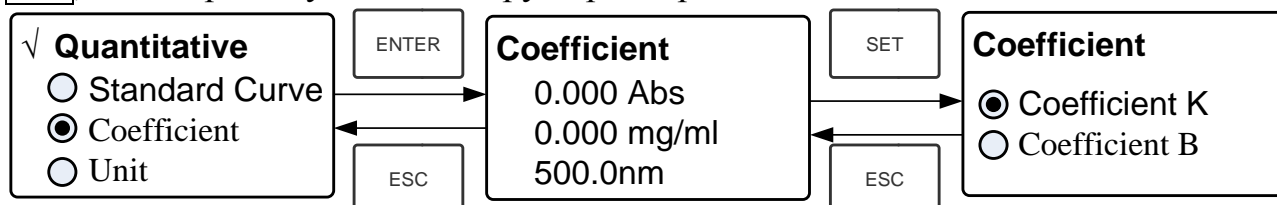


Виберіть **Yes** і натисніть **ENTER** для підтвердження, рівняння прямої буде видалено. Якщо ви не хочете видаляти це рівняння, виберіть **NO** і натисніть **ESC** для повернення в меню.

### 3.2. Метод коефіцієнтів.

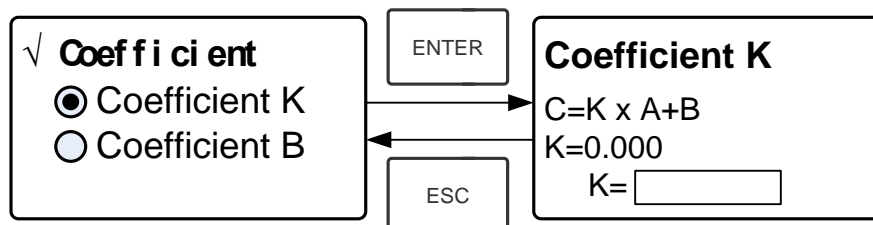
#### 1. Перехід до Методу коефіцієнтів (**Coefficient**).

Кнопками прокрутки виберіть Метод коефіцієнтів (**Coefficient**) і натисніть **ENTER** для переходу у вікно з попередньою інформацією, потім натисніть **SET**, щоб перейти у вікно вибору параметрів.



#### 2. Введення параметрів.

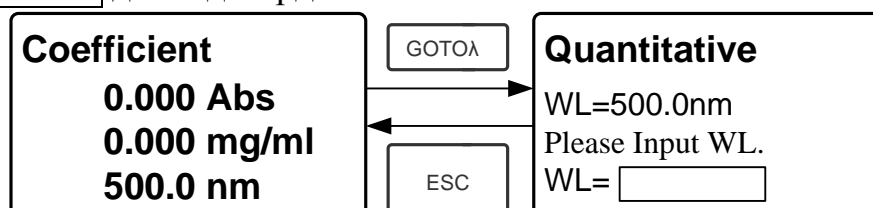
Використовуйте кнопки прокрутки щоб перемістити курсор на **Coefficient K** і натисніть **ENTER** для переходу у вікно введення коефіцієнта K. Введіть значення K і натисніть **ENTER** для підтвердження, система автоматично повернеться до вихідного вікна.



Таким же чином введіть значення коефіцієнта B і натисніть **ESC** для повернення у вікно з попередньою інформацією.

#### 3. Введення довжини хвилі.

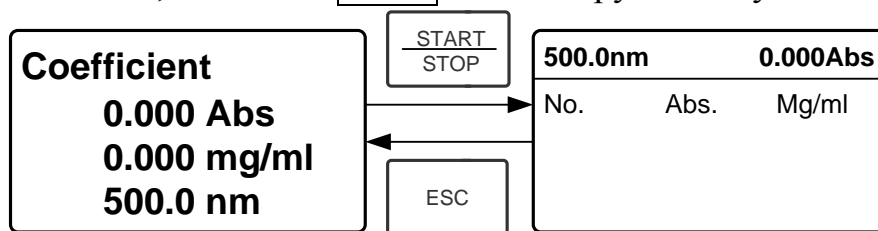
Натисніть **GOTO λ** для переходу у вікно введення значення довжини хвилі, введіть значення довжини хвилі, використовуючи цифрову клавіатуру, і натисніть **ENTER** для підтвердження.



#### 4. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

START  
STOP

Натисніть **ZERO** для переходу до вікна почергового вимірювання. Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть **ZERO** для калібрування нульової лінії.



## 5. Вимірювання

Помістіть зразок з невідомою концентрацією в кюветне відділення, натисніть **START/STOP** для вимірювання, результат виведеться на екран приладу. Повторіть цю процедуру для вимірювання всіх зразків. Автоматично результат буде записаний на RAM. Інформація не буде загублена навіть в разі раптового відключення електрики.

## 4. Друк результатів вимірювань

У меню почергових вимірювань натисніть **PRINT**, щоб роздрукувати результати. У меню почергових вимірювань натисніть **CLEAR**, щоб видалити результати вимірювань.

## 2.6 Правила роботи з кюветами

При виконанні лабораторних робіт по спектрофотометрії використовують спеціальні пластмасові або скляні (кварцеві) кювети. Пластмасові кювети мають гарну прозорість у видимій та УФ областях, але використання пластмасових кювет пов'язане з проблемами забезпечення допусків, очищення, стійкості до впливу розчинників, температурних деформацій. Кювети зі звичайного боросилікатного скла підходять для вимірювань у видимій та ближній УФ частинах спектру. Кювети з кварцу застосовуються для роботи в більш короткохвильовій області (< 300 нм).

Працюючи з кюветами, необхідно виконувати наступні правила.

1. Грані кювет, через які проходить світловий потік, називають робочими гранями. На них вказано довжину кювети (мм) і нанесено відмітку рівня рідини.

2. Кювети слід тримати за бічні грані, через які не проходить світловий потік.

3. Перед роботою кювети необхідно ретельно вимити і обов'язково кілька разів ополоснути дистильованою водою.

4. Перед наповненням кювет їх слід зсередини ополоснути досліджуваними розчинами для видалення залишків води.

5. Розчини в кювети потрібно наливати до спеціальної горизонтальної відмітки на межі кювети. Не можна наливати розчини вище за той рівень, оскільки розчин може пролитися в кюветному відділенні.

6. Перед розміщенням кювет в кюветотримачі робочі грані слід промакнути фільтрувальним папером. На них не повинно залишитися крапельок розчину, ворсинок, відбитків пальців.

7. Для запобігання проливанню розчинів, що знаходяться в кюветах, переміщення каретки спектрофотометра треба здійснювати повільно і плавно.

*Питання для самоперевірки.*

- 1) *З яких основних п'яти частин складається Спектрофотометр UV-5800PC?*
- 2) *Який спектральний діапазон довжин хвиль UV-5800PC?*
- 3) *Яка точність установки довжини хвилі в UV-5800PC?*
- 4) *Які джерела світла є в UV-5800PC?*
- 5) *З яких основних трьох режимів роботи складається вбудоване програмне забезпечення UV-5800PC?*
- 6) *Які основні дії при вимірюванні у Базовому режимі?*
- 7) *Які основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі?*
- 8) *Типи кювет, у яких довжинах волн використовують кювети?*
- 9) *Які основні правила роботи з кюветами?*
- 10) *З якою ціллю потрібно ополоскувати кювети досліджуваними розчинами?*

### 3 МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Концентрації хімічних речовин в природних водах або у стічних водах після їх очищення не повинні перевищувати визначених нормативів. Тому нижче наведені методики виконання лабораторних робіт з визначення концентрації хімічних речовин у водних розчинах відповідно до наступних стандартів: ГОСТ 18165-89 «Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия»; ГОСТ 18308-72 «Вода питьевая. Метод определения содержания молибдена»; ГОСТ 18293-72 «Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра»; ГОСТ 4011-72 «Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа»; ГОСТ 4974-72 «Вода питьевая. Методы определения содержания марганца»; ГОСТ 24104-2001 «Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди»; ДСТУ ISO 6332-2003. «Якість води. Визначання заліза. Спектрометричний метод із використанням 1,10-фенатроліну».

Лабораторна робота № 1.

#### ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАЛІЗА З СУЛЬФОСАЛІЦИЛОВОЮ КИСЛОТОЮ

##### 1. Сутність методу.

Фотометричний метод визначення масової концентрації загального заліза базується на утворенні сульфосаліциловою кислотою або її натрієвої солі з солями заліза забарвлених комплексних сполук, причому у слабкокислому середовищі сульфосаліцилова кислота реагує тільки з солями заліза(3+) (червоне забарвлення), а в слаболужному середовищі – з солями заліза(2+) і (3+) (жовте забарвлення). Оптичну густину забарвленого комплексу для

загального заліза вимірюють при довжині хвилі  $\lambda = 425$  нм; для заліза(3+) при довжині хвилі  $\lambda = 500$  нм.

Діапазон вимірювання масової концентрації загального заліза без розбавлення проби 0,10-2,00 мг/дм<sup>3</sup>. В цьому інтервалі сумарна погрішність вимірювання знаходиться у межах 0,01-0,03 мг/дм<sup>3</sup>.

## 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 1 або 5 см. Папір індикаторний універсальний. Папір фільтрувальний лабораторний. Воронки скляні для фільтрування. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні без ділень місткістю 50 см<sup>3</sup> та піпетки мірні з ціною найменшої поділки 0,1-0,05 см<sup>3</sup> місткістю 1; 5 та 10 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 50; 100 та 1000 см<sup>3</sup>. Колби скляні конічні місткістю 250 см<sup>3</sup>.

2.2. Розчин амонію хлористого (2 моль/дм<sup>3</sup>); кислота соляна (густина 1,19 г/см<sup>3</sup>); кислота азотна (концентрована); розчин сульфосаліцилової кислоти (20 %); розчин аміаку водного (1:1); квасци залізо-амонійні (х.ч.). Всі розчини повинні бути виготовлені з реактивів кваліфікації ч.д.а. або х.ч.

## 3. Приготування стандартних розчинів заліза.

3.1. Приготування основного стандартного розчину залізо-амонійних квасців.

0,8636 г залізо-амонійних квасців  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  зважують із точністю, не більше 0,0002 г за шкалою вагів, розчиняють у мірній колбі місткістю 1000 см<sup>3</sup> у невеликій кількості дистильованої води, додають 2,00 см<sup>3</sup> соляної кислоти та доводять до мітки дистильованою водою. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 0,1 мг заліза.

3.2. Робочий розчин готують у день проведення аналізу розбавленням основного розчину на 10 раз дистильованою водою. В 1 дм<sup>3</sup> розчину міститься 10 мг заліза.

## 4. Побудова градуювального графіка.

Для побудови градуювального графіка необхідно приготувати зразки з масовою концентрацією заліза від 0,0 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup> (табл.3.1). Аліквоту додають у мірну колбу на 100 см<sup>3</sup> та доводять дистильованою водою до мітки, перемішують та фотометрують. Для побудови градуювального графіка кожний розчин необхідно фотометрувати 3 рази з метою виключення випадкових результатів і усереднення даних. При побудові градуювального графіка по осі ординат відкладають значення оптичної густини, а по осі абсцис - величину концентрації речовини в мг/дм<sup>3</sup>.

Таблиця 3.1- Склад і кількість зразків для градуювання при аналізі заліза

Номер зразка	Масова концентрація іонів заліза в градуювальних розчинах, мг/дм <sup>3</sup>	Аліквотна частина розчину (см <sup>3</sup> )	
		Робочий розчин (градуіров. графік 1)	Основний розчин (градуіров. графік 2)
1	0,00	0,0	
2	0,10	1,0	
3	0,25	2,5	
4	0,50	5,0	

5	0,75	7,5	
6	1,00	10,0	1,0
7	2,50		2,5
8	5,00		5,0
9	7,50		7,5
10	10,00		10,0

## 5. Проведення аналізу.

### 5.1. Визначення заліза загального ( $Fe^{2+}$ і $Fe^{3+}$ ).

Пробу об'ємом  $100\text{ см}^3$  поміщають у конічну колбу, додають  $0,5\text{ см}^3$  азотної кислоти, упарюють до  $1/3$  об'єму. Розчин охолоджують. Отриманий розчин з концентрацією заліза від  $0,1$  до  $10,0\text{ мг/дм}^3$  фільтрують через фільтр «біла стрічка» в мірну колбу місткістю  $100\text{ см}^3$ , додають  $2,0\text{ см}^3$  розчину амонію хлористого,  $2,0\text{ см}^3$  розчину сульфосаліцилової кислоти,  $2,0\text{ см}^3$  розчину аміаку, рН розчину повинен складати 7-8 (за індикаторним папером). Доводять до мітки дистильованою водою. Ретельно перемішують і залишають на 5 хв до розвитку кольору. Оптичну густину отриманого розчину вимірюють при довжині хвилі  $\lambda = 425\text{ нм}$  в кюветі з довжиною поглинаючого шару  $5,0$  або  $1,0\text{ см}$  по відношенню до нульового розчину (дистильована вода, до якої додані ті ж реактиви). За градуовальним графіком знаходять вміст заліза загального.

### 5.2. Визначення $Fe^{3+}$ .

Визначення можна проводити тільки в тих випадках, коли пробу не обробляли з метою руйнування органічних компонентів, і не кип'ятили, т. к. при цьому  $Fe^{2+}$  окислюється до  $Fe^{3+}$ . Пробу об'ємом  $80,0\text{ см}^3$  і менше, залежно від концентрації, поміщають у мірну колбу місткістю  $100\text{ см}^3$ , нейтралізують розчином аміаку або соляної кислоти до рН 3-5 за індикаторним папером, додають  $2\text{ см}^3$  розчину сульфосаліцилової кислоти, доводять до мітки дистильованою водою. Ретельно перемішують і залишають на 5 хв до повного розвитку кольору. Оптичну густину отриманого розчину вимірюють при довжині хвилі  $\lambda = 500\text{ нм}$  в кюветі з довжиною поглинаючого шару  $1,0$  або  $5,0\text{ см}$  по відношенню до нульового розчину (дистильована вода, до якої додані ті ж реактиви). За градуовальним графіком знаходять вміст заліза  $Fe^{3+}$ .

## 6. Обробка результатів.

Перерахунок вмісту заліза (X),  $\text{мг/дм}^3$ , на об'єм води, взятий для аналізу проводять за формулою:

$$X = \frac{C \cdot 100}{V}, \quad (3.1)$$

де C – концентрація заліза, що визначена за градуовальним графіком,  $\text{мг/дм}^3$ ;

100 – об'єм, до якого було розведено пробу,  $\text{см}^3$ ;

V – об'єм води, взятий для аналізу,  $\text{см}^3$ .

За результат аналізу приймають середнє арифметичне значення двох паралельних визначень. За різницею отриманих результатів визначення концентрацій заліза загального та  $Fe^{3+}$  отримують концентрацію  $Fe^{2+}$ .

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 2) Як впливає рН розчинів на реакцію іонів заліза та сульфосаліцилової кислоти?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення вмісту загального заліза?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми при визначенні концентрації загального заліза та при визначенні концентрації заліза(3+)?
- 5) Які границі вимірювання концентрації заліза за даним методом?
- 6) Що може привести до некоректних результатів при вимірюванні концентрації заліза(3+)?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Наведіть порядок побудови градуувального графіка.
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації загального заліза.
- 10) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації заліза(3+).
- 11) Проведіть визначення концентрації заліза у досліджуваній воді.
- 12) Розрахуйте кількість кристалічної сульфосаліцилової кислоти  $C_7H_6O_6S$  для виготовлення  $100\text{ см}^3$  20 % розчину.

## Лабораторна робота № 2.

### ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАГАЛЬНОГО ЗАЛІЗА ЗА ДОПОМОГОЮ ОРТОФЕНАНТРОЛІНА

#### 1. Сутність методу.

Метод заснований на реакції ортофенантроліна з іонами двовалентного заліза в області рН=3-9 з утворенням комплексної сполуки, пофарбованої в оранжево-червоний колір. Інтенсивність забарвлення пропорційна концентрації заліза. Відновлення заліза до двовалентного проводиться в кислому середовищі гідроксиламіном. Забарвлення розвивається швидко при рН=3,0-3,5 в присутності надлишку фенантроліну та стійке протягом декількох днів. Діапазон вимірювання масової концентрації загального заліза без розбавлення проби 0,05-2,0 мг/дм<sup>3</sup>. В цьому інтервалі сумарна похибка вимірювання знаходиться в межах 0,01-0,02 мг/дм<sup>3</sup>.

#### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2-5 см. Плитка електрична. Ваги лабораторні. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні без поділок місткістю 10; 25 та 50 см<sup>3</sup> та піпетки мірні з ціною поділок 0,1-0,01 см<sup>3</sup>, місткістю 1; 2 та 5 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 10 та 1000 см<sup>3</sup>. Колби плоскодонні місткістю 150 та 200 см<sup>3</sup>.



2.2. Розчин аміаку водний (25 %), кислота соляна (густина 1,19 г/см<sup>3</sup>), амоній оцтовокислий, розчин гідроксиламіну солянокислого (10 %), квасци залізоамонійні (х.ч.), розчин ацетатно-амонійний буферний, розчин ортофенантроліну (1 г/дм<sup>3</sup>). Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### **3. Приготування стандартних розчинів заліза.**

3.1. Див. Л.р. №1, п.3.1.

3.2. Див. Л.р. №1, п.3.2.

### **4. Побудова градувального графіка.**

Для побудови градувального графіка в мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> вносять 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину, що містить в 1 см<sup>3</sup> 0,005 мг заліза, доводять об'єм дистильованою водою приблизно до 25 см<sup>3</sup>, додають 1 см<sup>3</sup> розчину солянокислого гідроксиламіну, 2,00 см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину і 1 см<sup>3</sup> розчину ортофенантроліну. Після додавання кожного реактиву розчин перемішують, потім доводять об'єм до 50 см<sup>3</sup> дистильованою водою, ретельно перемішують і залишають на 15-20 хв для повного розвитку забарвлення. Отримують шкалу стандартних розчинів з масовою концентрацією заліза 0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0 і 2,0 мг/дм<sup>3</sup>. Забарвлений розчин фотометрують на синьо-зеленому світлофільтрі ( $\lambda = 490-500$  нм) в кюветах з товщиною оптичного шару 2, 3 або 5 см по відношенню до нульового розчину (дистильована вода, в яку додано ті ж реактиви). Будують градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис масову концентрацію загального заліза в мг/дм<sup>3</sup> а на осі ординат - відповідні значення оптичної густини.

### **5. Проведення аналізу.**

Визначенню заважають ціаніди, нітрити, поліфосфати; хром і цинк в концентрації, що перевищує у 10 разів масову концентрацію заліза; кобальт і мідь у концентрації понад 5 мг/дм<sup>3</sup>; нікель в концентрації 2 мг/дм<sup>3</sup>. Попереднє кип'ятіння води з кислотою перетворює поліфосфати в ортофосфати, додавання гідроксиламіну усуває вплив окисників. Вплив міді зменшується при рН=2,5-4.

При відсутності поліфосфатів досліджувану воду ретельно перемішують і відбирають 25 см<sup>3</sup> (або менший об'єм, що містить не більше 0,1 мг заліза, розбавлений до 25 см<sup>3</sup> дистильованою водою) в мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>. Якщо при відборі проби вода була трохи кислою, то її нейтралізують розчином аміаку до рН=4-5, контролюючи потенціометрично або за індикаторним папером. Потім додають 1 см<sup>3</sup> розчину солянокислого гідроксиламіну, 2,00 см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину і 1 см<sup>3</sup> розчину ортофенантроліну. Після додавання кожного реактиву розчин перемішують, потім доводять об'єм до 50 см<sup>3</sup> дистильованою водою, ретельно перемішують і залишають на 15-20 хв для повного розвитку забарвлення. Забарвлений розчин фотометрують при довжині хвилі  $\lambda = 490-500$  нм в кюветах з товщиною оптичного шару 2, 3 або 5 см по відношенню до нульового розчину. Масову концентрацію заліза знаходять по градувальному графіку.

У присутності поліфосфатів 25 см<sup>3</sup> досліджуваної проби поміщають у плоскодонну колбу місткістю 100-150 см<sup>3</sup>, додають 1 см<sup>3</sup> концентрованої соляної кислоти, нагрівають до кипіння і упарюють до об'єму 15-20 см<sup>3</sup>. Після

охладження розчин переносять в мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, додають дистильовану воду до об'єму приблизно 25 см<sup>3</sup> і доводять розчином аміаку до рН 4-5, контролюючи потенціометрично або за індикаторним папером. Далі додають реактиви і проводять аналіз, як зазначено вище (при відсутності поліфосфатів).

### **6. Обробка результатів.**

Масову концентрацію загального заліза обчислюють за формулою 3.1 (Див. Л.р. №1, п.6.)

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення загального заліза у воді?
- 4) Як та з якою ціллю проводять відновлення заліза до двовалентного?
- 5) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 6) Які границі вимірювання концентрації заліза за даним методом?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Які речовини заважають визначенню концентрації заліза за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 9) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 10) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації загального заліза.
- 11) Проведіть визначення концентрації загального заліза у досліджуваній воді.
- 12) Розрахуйте кількість кристалічного гідроксиламіну солянокислого  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  для виготовлення 50 см<sup>3</sup> 10 % розчину.

## Лабораторна робота № 3.

### ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЗАГАЛЬНОГО ЗАЛІЗА ЗА ДОПОМОГОЮ 2,2-ДІПІРИДИЛА

#### **1. Сутність методу.**

Метод заснований на реакції 2,2-діпіридила з іонами двовалентного заліза в області рН=3,5-8,5 з утворенням комплексної сполуки, пофарбованої у червоний колір. Інтенсивність забарвлення пропорційна масовій концентрації заліза. Відновлення тривалентного заліза до двовалентного проводиться гідроксиламіном. Забарвлення розвивається швидко та стійке протягом декількох днів. Діапазон вимірювання масової концентрації загального заліза без розбавлення проби 0,05-2,0 мг/дм<sup>3</sup>. В цьому інтервалі сумарна похибка вимірювання знаходиться в межах 0,01-0,03 мг/дм<sup>3</sup>.

#### **2. Апаратура та реактиви.**

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2-5 см. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні без поділок місткістю 25 см<sup>3</sup> та піпетки мірні з ціною поділок 0,1-0,01 см<sup>3</sup>, місткістю 1; 5 та 10 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 50; 100 та 1000 см<sup>3</sup>.

2.2. Кислота укусна, амоній оцтовокислий, розчин гідроксиламіну солянокислого (10 %), квасци залізоамонійні (х.ч.), розчин 2,2-діпіридилу (0,1

%), спирт етиловий, розчин буферний ацетатний. Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### **3. Приготування стандартних розчинів заліза.**

3.1. Див. Л.р. №1, п.3.1.

3.2. Див. Л.р. №1, п.3.2.

### **4. Побудова градувального графіка.**

Для побудови градувального графіка в мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> вносять 0,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину залізоамонійних квасців, додають дистильованої води до об'єму приблизно 25 см<sup>3</sup>, додають 1 см<sup>3</sup> розчину солянокислого гідроксиламіну, 2,00 см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину і 1 см<sup>3</sup> розчину 2,2-діпіридилу. Після додавання кожного реактиву розчин перемішують, потім доводять об'єм до 50 см<sup>3</sup> дистильованої водою, ретельно перемішують і залишають на 15-20 хв для повного розвитку забарвлення. Отримують шкалу стандартних розчинів з масовою концентрацією заліза 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/дм<sup>3</sup>. Забарвлений розчин фотометрують на зеленому світлофільтрі ( $\lambda = 540$  нм) в кюветах з товщиною оптичного шару 2-5 см по відношенню до нульового розчину (дистильована вода, в яку додано ті ж реактиви). Будують градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис масову концентрацію загального заліза в мг/дм<sup>3</sup> а на осі ординат - відповідні значення оптичної густини.

### **5. Проведення аналізу.**

Досліджувану воду ретельно перемішують і відбирають 25 см<sup>3</sup> (або менший об'єм, що містить не більше 0,1 мг заліза, розбавлений до 25 см<sup>3</sup> дистильованою водою) в мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>. Додають 1 см<sup>3</sup> розчину солянокислого гідроксиламіну, 2,00 см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину і 1 см<sup>3</sup> розчину 2,2-діпіридилу і доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Після додавання кожного реактиву вміст колби ретельно перемішують. Розчин залишають на 15-20 хв для повного розвитку забарвлення. Забарвлений розчин фотометрують при довжині хвилі  $\lambda = 540$  нм в кюветах з товщиною оптичного шару 2-5 см по відношенню до нульового розчину. Масову концентрацію заліза знаходять по градувальному графіку.

### **6. Обробка результатів.**

Масову концентрацію загального заліза обчислюють за формулою 3.1 (Див. Л.р. №1, п.6.)

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення загального заліза у воді?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 5) Які границі вимірювання концентрації заліза за даним методом?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації загального заліза.
- 9) Проведіть визначення концентрації загального заліза у досліджуваній воді.

10) Розрахуйте кількість кристалічного гідроксиламіну солянокислого  $NH_2OH \cdot HCl$  для виготовлення  $100 \text{ см}^3$  10 % розчину.

#### Лабораторна робота № 4.

### ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МАРГАНЦЮ З ВІДОКРЕМЛЕННЯМ ХЛОРИОНУ СПІВОСАДЖЕННЯМ З ГІДРООКСИСОМ МАГНІЮ (Метод А)

#### 1. Сутність методу.

Метод заснований на окисненні сполук марганцю до іона  $MnO_4^{4-}$ . Окислення відбувається у кислому середовищі персульфатом амонію або калію у присутності срібла в якості каталізатора, при цьому з'являється рожеве забарвлення. Чутливість методу становить (обсяг досліджуваної води  $500 \text{ см}^3$ )  $10 \text{ мкг/дм}^3$ .

#### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2-5 см. Електроплитка. Бачка водяна. Папір фільтрувальний лабораторний. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки місткістю 1 та  $10 \text{ см}^3$  з ціною поділок 0,01 та  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю 50; 100 та  $1000 \text{ см}^3$ ; циліндри мірні із плоским дном із відміткою на  $100 \text{ см}^3$ ; циліндри мірні на 25 та  $50 \text{ см}^3$ . Колби плоскодонні місткістю 250 та  $500 \text{ см}^3$ . Воронки скляні для фільтрування. Стакани скляні лабораторні.

2.2. Розчин калію марганцевокислого (0,01 н), амоній надсернокислий (персульфат), розчин магнію сірчаноокислого (10 %), розчин натрію гідроокису (4 %), розчин марганцю сірчаноокислого основний ( $0,1 \text{ г/дм}^3$ ), розчин кислоти ортофосфорної (20 %), кислота азотна, кислота сірчана, розчин фенолфталеїну, розчин срібла азотноокислого (1 %).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

#### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування стандартного розчину марганцевокислого калію.

$9 \text{ см}^3$  точно 0,01 н. розчину  $KMnO_4$  вносять в мірну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$ , розбавляють дистильованою водою до мітки і перемішують.  $1 \text{ см}^3$  розчину містить  $0,01 \text{ мг Mn}^{2+}$ .

3.2. Приготування робочого стандартного розчину сірчаноокислого марганцю.

Розчин готують розведенням  $100 \text{ см}^3$  основного розчину сірчаноокислого марганцю до  $1 \text{ дм}^3$  дистильованою водою.  $1 \text{ см}^3$  розчину містить  $0,01 \text{ мг Mn}^{2+}$ . Розчин готують в день проведення аналізу.

#### 4. Побудова градуувального графіка.

В колби місткістю  $50 \text{ см}^3$  вносять наступні кількості робочого стандартного розчину сірчаноокислого марганцю: 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0;  $10,0 \text{ см}^3$ . Потім в кожен колбу додають по  $10 \text{ см}^3$  розчину ортофосфорної кислоти, по  $10 \text{ см}^3$  розчину азотноокислого срібла та близько 0,3 г персульфату амонію або калію, потім додають дистильовану воду до об'єму

близько 40 см<sup>3</sup>, нагрівають до кипіння і тримають на водяній бані 10 хв. Після охолодження доводять об'єм розчину водою до мітки і перемішують.

Отримують стандартну шкалу з вмістом Mn<sup>2+</sup>: 0,0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08; 0,1 мг. Шкала нестійка і на наступний день знебарвлюється, але її можна відновлювати. Для цього в кожну колбу додають по 0,2 г персульфату амонію або калію, нагрівають до кипіння і тримають на водяній бані або на не дуже гарячій піщаній бані 10 хв.

Для приготування стандартної шкали з використанням стандартного розчину марганцевокислого калію в мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> відбирають стандартного розчину марганцевокислого калію: 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 см<sup>3</sup> та об'єм доводять до 50 см<sup>3</sup> дистильованою водою. Оптичну густину розчинів стандартної шкали вимірюють на спектрофотометрі з зеленим світлофільтром ( $\lambda = 530$  нм), використовуючи кювети з товщиною робочого шару 2-5 см. За отриманими даними будують калібрувальний графік, за яким визначають вміст Mn<sup>2+</sup>.

### **5. Проведення аналізу.**

До 500 см<sup>3</sup> досліджуваної води додають 5 см<sup>3</sup> розчину гідроксиду натрію, перемішують, додають 5 см<sup>3</sup> розчину сірчанокислого магнію, знову перемішують і залишають. При цьому осад Mn(OH)<sub>2</sub> осідає на дно склянки.

Після відстоювання більшу частину розчину над осадом зливають сифоном, а залишок фільтрують через нещільний фільтр. Осад розчиняють на фільтрі у 10 см<sup>3</sup> розчину ортофосфорної кислоти, збираючи фільтрат у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>.

Промивають фільтр два-три рази так, щоб загальний об'єм фільтрату і промивних вод в колбі становив близько 35 см<sup>3</sup>. Потім додають 10 см<sup>3</sup> розчину азотнокислого срібла і перемішують. При цьому не повинно спостерігатися сильне помутніння розчину внаслідок утворення хлористого срібла. До розчину додають близько 0,3 г персульфату амонію або калію, нагрівають до кипіння і тримають на водяній бані 5 хв. Після охолодження розчин доводять дистильованою водою до мітки і фотометрують його на спектрофотометрі з зеленим світлофільтром ( $\lambda = 530$  нм) в кюветах з товщиною робочого шару 2-5 см.

При аналізі досліджуваної води з великим вмістом іонів хлору осад Mn(OH)<sub>2</sub> промивають на фільтрі два-три рази дистильованою водою і потім розчиняють в розчині ортофосфорної кислоти. Якщо після додавання азотнокислого срібла все ж утворюється білий осад або помутніння від AgCl, то колбу з розчином різко струшують до тих пір, поки не збереться осад в грудки і розчин не освітлиться. В іншому випадку треба додати ще 5 см<sup>3</sup> розчину азотнокислого срібла. Після цього розчин відокремлюють від осаду фільтруванням через сухий фільтр в іншу мірну колбу, осад промивають 2-3 рази невеликою кількістю дистильованої води і відкидають. До фільтрату з промивними водами додають 0,3 г персульфату амонію або калію і продовжують аналіз, як описано вище.

### **6. Обробка результатів.**

Вміст марганцю (X), мг/дм<sup>3</sup>, визначають за формулою:

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V}, \quad (3.2)$$

де С – вміст марганцю, знайдений за за калібрувальним графіком, мг;

V – об'єм досліджуваної води, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

1) Поясніть сутність методу?

3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації марганцю?

4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?

4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації марганцю?

6) Які речовини заважають визначенню концентрації марганцю за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?

7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?

8) Наведіть порядок побудови градуювального графіка.

9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації марганцю.

10) Проведіть визначення концентрації марганцю у досліджуваній воді.

11) Розрахуйте кількість сухого NaOH для виготовлення 10 см<sup>3</sup> 4 % розчину NaOH.

12) З якою ціллю проводять нагрівання отриманого розчину до кипіння та витримують на водяній бані?

### Лабораторна робота № 5.

## ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МАРГАНЦЮ З ВИДАЛЕННЯМ ХЛОРИД-ІОНУ ВИПАРЮВАННЯМ З СІРЧАНОЮ КИСЛОТОЮ (Метод Б)

### 1. Сутність методу.

Див. Л.р. №4, п.1.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Див. Л.р. №4, п.2. Чашки випарювальні діаметром 9 см.

2.2. Див. Л.р. №4, п.2, розчин срібла азотнокислого (0,1 н), розчин сірчаної кислоти (1:2). Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

Див. Л.р. №4, п.3.

### 4. Побудова градуювального графіка.

Див. Л.р. №4, п.4.

### 5. Проведення аналізу.

До 100-500 см<sup>3</sup> досліджуваної води у фарфоровій чашці додають 5 см<sup>3</sup> розчину сірчаної кислоти і випарюють спочатку на водяній бані, а потім на плитці для повного видалення кислоти.

Сухий залишок змочують невеликою кількістю дистильованої води, додають 5 см<sup>3</sup> концентрованої азотної кислоти, 10 см<sup>3</sup> гарячої дистильованої води, 3 см<sup>3</sup> розчину азотнокислого срібла, 0,2 г персульфату амонію і нагрівають розчин до тих пір, поки інтенсивність забарвлення не перестане

збільшуватися. Після охолодження розчину доводять об'єм дистильованою водою у мірній колбі місткістю  $50 \text{ см}^3$  до мітки і фотометрують (Див. Л.р. №4, п.5). Вміст марганцю у воді визначають за калібровочним графіком.

При аналізі води з великим вмістом марганцю застосовують також спосіб колориметричного титрування. Для цього  $50 \text{ см}^3$  досліджуваної води переносять в стакан місткістю  $100 \text{ см}^3$ , а в іншу склянку тієї ж місткості додають дистильовану воду в обсязі, що дорівнює об'єму досліджуваного розчину. Поставивши обидві склянки поруч на білий папір, доливають у склянку з дистильованою водою із бюретки стандартний розчин перманганату калію, поки забарвлення в обох склянках не буде однаковим. За об'ємом витраченого розчину перманганату калію обчислюють вміст марганцю в досліджуваній воді.

### **6. Обробка результатів.**

Розрахунок результатів випробування проводять за формулою 3.2.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації марганцю?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації марганцю?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градууювального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації марганцю.
- 9) Які речовини заважають визначенню концентрації марганцю за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 10) Який метод аналізу використовують при високій концентрації марганцю у воді?
- 11) Проведіть визначення концентрації марганцю у досліджуваній воді.
- 12) Як посилити інтенсивність забарвлення отриманих робочих розчинів?

## Лабораторна робота № 6.

### ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МІДІ З ДІЕТИЛДІТІОКАРБАМАТОМ НАТРІЮ

Визначення міді в воді проводять:

- 1) при масовій концентрації міді від  $0,02$  до  $0,5 \text{ мг/дм}^3$  з реактивом діетилдітіокарбамат натрію (визначення міді в іонній формі);
- 2) при масовій концентрації міді від  $0,002$  до  $0,06 \text{ мг/дм}^3$  з реактивом діетилдітіокарбамат свинцю (визначення загальної масової концентрації міді);
- 3) при масовій концентрації міді від  $0,1$  до  $1,2 \text{ мг/дм}^3$  з реактивом піксамінепсілон (визначення загальної масової концентрації міді).

#### **1. Сутність методу.**

Метод заснований на взаємодії іонів двовалентної міді з діетилдітіокарбаматом натрію в слабоаміачному розчині з утворенням діетилдітіокарбамату міді, пофарбованому у жовто-коричневий колір. У розбавлених розчинах діетилдітіокарбамат міді утворює колоїдні розчини, для

більшої стійкості яких додають розчин крохмалю. Для усунення заважаючого впливу заліза і жорсткості води додають розчин сегнетової солі.

## **2. Апаратура та реактиви.**

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 5 см. Електроплитка. Баня піщана. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1 та 2 см<sup>3</sup> з ціною поділок 0,01 см<sup>3</sup> та 5 см<sup>3</sup> з поділками 0,1 см<sup>3</sup>; циліндри колориметричні скляні з відміткою на 50 см<sup>3</sup>; колба мірна місткістю 1000 см<sup>3</sup>; циліндри мірні на 10 см<sup>3</sup>. Крапельниці скляні лабораторні. Стакани скляні лабораторні.

2.2. Розчин аміаку водного (1:4), розчин калію-натрію виннокислого (сегнетова сіль) (50 %), розчин міді сірчаною кислотою основний (0,1 г/дм<sup>3</sup>), розчин натрію N,N-діетилдітіокарбамату (0,1 %), розчин кислоти соляної (1:1), розчин кислоти сірчаної (1:5), розчин крохмалю (0,25 %), розчин амонію надсірчаною кислотою (5 %).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

## **3. Приготування розчинів.**

3.1. Приготування робочого стандартного розчину сірчаною кислотою міді.

Робочий розчин готують розведенням основного розчину сірчаною кислотою міді в 10 разів дистильованою водою. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 0,01 мг Cu<sup>2+</sup>. Застосовують свіжий розчин.

## **4. Побудова градувального графіка.**

Для приготування шкали стандартних розчинів відбирають в циліндри Несслера 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 і 3,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину сірчаною кислотою міді (масова концентрація міді в стандартних розчинах шкали відповідно дорівнює 0,02; 0,04; 0,1; 2,0; 4,0; 6,0 мг/дм<sup>3</sup>) розбавляють до 50 см<sup>3</sup> дистильованою водою. Проби підкислюють 1-2 краплями розчину соляної кислоти, потім послідовно додають 1 см<sup>3</sup> розчину сегнетової солі, 5 см<sup>3</sup> розчину аміаку, 1 см<sup>3</sup> розчину крохмалю і 5 см<sup>3</sup> розчину діетилдітіокарбамату натрію. Після додавання кожного реактиву проводять перемішування. Інтенсивність отриманого забарвлення вимірюють спектрофотометрично (розчини стійкі протягом 1 год.), використовують синій світлофільтр ( $\lambda=430$  нм) і кювету з товщиною робочого шару 50 мм. Із знайдених величин оптичної густини досліджуваної проби віднімають оптичну густину контрольної проби (дистильована вода, в яку додано ті ж реактиви). Будують графік залежності оптичної густини від концентрації міді в мг/дм<sup>3</sup>.

## **5. Проведення аналізу.**

При об'ємі досліджуваної води 50 см<sup>3</sup> мідь можна визначити в концентрації від 0,02 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup>. При більшому вмісті міді відбирають відповідно менший об'єм води.

У колориметричному циліндрі з позначкою на 50 см<sup>3</sup> відмірюють 50 см<sup>3</sup> досліджуваної води (при масовій концентрації міді більше 0,5 мг/дм<sup>3</sup> обсяг досліджуваної води зменшують і доводять його дистильованою водою до 50 см<sup>3</sup>). Якщо вода не була підкислена при відборі проби, то її підкислюють 1-2 краплями розчину соляної кислоти та оброблюють таким же чином, як при



побудові градувального графіку. Інтенсивність отриманого забарвлення вимірюють спектрофотометрично.

При кольоровості більше 20° воду знебарвлюють шляхом окислення надсірчаноокислим амонієм, для цього до 50 см<sup>3</sup> досліджуваної води додають 2,5 см розчину надсірчаноокислого амонію і 20-30 см<sup>3</sup> дистильованої води. Пробу киплять до отримання початкового об'єму (50 см<sup>3</sup>) і далі проводять визначення, як вказано вище.

#### **6. Обробка результатів.**

Масову концентрацію міді (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}, \quad (3.3)$$

де C – концентрація міді, знайдена за градувальним графіком, мг/дм<sup>3</sup>;  
V – об'єм проби, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустимі розбіжності, між якими не повинні перевищувати ±25%. Результат округляють до другого десяткового знака.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації міді у воді?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 5) Які границі вимірювання концентрації міді за даним методом?
- 6) Які речовини заважають визначенню концентрації міді за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації міді.
- 10) Проведіть визначення концентрації міді у досліджуваній воді.
- 11) З якою ціллю додають розчин крохмалю до робочих розчинів?
- 12) Розрахуйте кількість кристалічної сірчаноокислої міді  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  для виготовлення 100 см<sup>3</sup> концентрацією 0,1 г/дм<sup>3</sup> розчину.

### Лабораторна робота № 7.

## ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МІДІ З РЕАГЕНТОМ ПІКРАМІН-ЕПСІЛОН

### **1. Сутність методу.**

Метод заснований на утворенні у кислому середовищі (розчин з концентрацією 0,2 моль/дм<sup>3</sup> по соляній кислоті) комплексу іона міді з реагентом пікрамін-епсілон (2,4-дінитрофенол-(6-азо-2)-1-нафтол-3,8-дісульфо кислота), що має червоно-фіолетовий колір. Визначенню не заважає ні один з усіх можливих компонентів питних вод.

### **2. Апаратура та реактиви.**

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2 см. Ваги лабораторні. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1; 2; 5; 10 та 20 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 25; 100; 250 та 1000 см<sup>3</sup>. Стакани скляні лабораторні місткістю 50 см<sup>3</sup>.

2.2. Розчин міді сірчаною кислотою основний (0,1 г/дм<sup>3</sup>), розчин надсірчаною кислотою амонію (5 %), розчин пікрамін-епсілону (0,1 %), розчин соляної кислоти (1:1), аскорбінова кислота.

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину сірчаною кислотою міді.

Робочий стандартний розчин готують розбавленням основного стандартного розчину сірчаною кислотою міді в 50 разів дистильованою водою. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 0,002 мг Cu<sup>2+</sup>. Застосовують свіжий розчин.

### 4. Побудова градуовального графіка.

У мірні колби місткістю 25 см<sup>3</sup> додають 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 і 13,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину сірчаною кислотою міді, що відповідає 0,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 та 26 мкг міді. Далі у колби додають по 10 см<sup>3</sup> дистильованої води, 0,8 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 15-20 мг аскорбінової кислоти і все перемішують. Додають 1 см<sup>3</sup> розчину пікрамін-епсілону, дистильованою водою доводять до мітки, перемішують та через 5 хвилин фотометрують при довжині хвилі  $\lambda=540-500$  нм у кюветах з товщиною робочого шару 2 см. Порівняння проводять із нульовим розчином до якого не додавали мідь.

Для кожної точки градуовального графіку оптичну густина знаходять як середню величину з трьох повторно знайдених значень. Будують градуовальний графік, відкладаючи на осі абсцис вміст міді у мікрограмах, а на осі ординат - оптичну густина.

### 5. Проведення аналізу.

У мірну колбу місткістю 25 см<sup>3</sup> додають 20 см<sup>3</sup> досліджуваної води, 0,8 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, 15-20 мг аскорбінової кислоти, 1 см<sup>3</sup> розчину пікрамін-епсілону, дистильованою водою доводять до мітки. Розчин перемішують та через 5 хвилин фотометрують (п.4).

Кількість міді у пробі в мікрограмах знаходять за калібрувальним графіком.

### 6. Обробка результатів.

Масову концентрацію міді (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{C}{V}, \quad (3.4)$$

де C – кількість міді, знайдена за градуовальним графіком, мкг;

V – об'єм проби, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, допустимі розбіжності (збіжність), між якими не повинні перевищувати  $\pm 5\%$ .

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації міді у воді?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 5) Які границі вимірювання концентрації міді за даним методом?
- 6) Чи заважають які-небудь компоненти питних вод визначенню концентрації міді за даним методом?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації міді.
- 10) Проведіть визначення концентрації міді у досліджуваній воді.
- 11) Розрахуйте кількість кристалічної сірчанокислої міді  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  для виготовлення  $100 \text{ см}^3$  концентрацією  $0,1 \text{ г/дм}^3$  розчину.

#### Лабораторна робота № 8.

### ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ АЛЮМІНІЮ З АЛЮМІНОНОМ

#### 1. Сутність методу.

Метод заснований на здатності іона алюмінію утворювати з алюміноном лак оранжево-червоного кольору, що є комплексною сполукою. Реакція здійснюється в слабнокислому розчині при  $\text{pH}=4,50-4,65$  у присутності сульфату амонію в якості стабілізатора забарвлення лаку, який фотометрується при довжині хвилі  $525-540 \text{ нм}$ .

Межа виявлення алюмінію становить  $0,02 \text{ мг/дм}^3$  при об'ємі проби  $25 \text{ см}^3$ . Діапазон вимірюваних концентрацій  $0,04-0,56 \text{ мг/дм}^3$ .

#### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару  $3 \text{ см}$ . Ваги лабораторні. Електроплитка. Баня піщана. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $1$ ;  $2$  з ціною поділок  $0,01 \text{ см}^3$  та  $5$ ;  $10 \text{ см}^3$  з поділками  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю  $50$ ;  $100$  та  $1000 \text{ см}^3$ ; циліндри мірні на  $100$  на  $250 \text{ см}^3$ . Стакани скляні лабораторні місткістю  $50 \text{ см}^3$ . Колби плоскодонні конічні місткістю  $50 \text{ см}^3$ .

2.2. Розчин квасців алюмокалієвих основний ( $0,1 \text{ г/дм}^3$  алюмінію), розчин алюмінону (амонійна сіль аурінтрикарбонОВОЇ кислоти) в ацетатному буфері ( $0,2\%$ ), розчин амонію сірчано-кислого ( $35\%$ ), розчин натрію сірчановатістокислого (тіосульфат) ( $0,01 \text{ моль/дм}^3$ ), розчин натрію гідроокису ( $40\%$ ), кислота аскорбінова, кислота соляна (густина  $1,19 \text{ г/см}^3$ ), амоній надсірчанокислий, розчин ацетатний буферний ( $\text{pH} = 4,9 \pm 0,1$ ).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

#### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину з масовою концентрацією алюмінію  $0,01 \text{ мг/см}^3$ .

Розчин готують розведенням основного розчину алюмокалієвих квасців в 10 разів,  $10,0 \text{ см}^3$  основного розчину поміщають у мірну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$  і доводять об'єм розчину до мітки підкисленою дистильованою водою ( $3 \text{ см}^3$  концентрованої соляної кислоти на  $1000 \text{ см}^3$  дистильованої води). Розчин стійкий тиждень.

3.2. Приготування реакційної суміші.

Змішують у співвідношенні 1:2:22 об'ємні частини розчинів сульфату амонію, алюмініону і розведеного ацетатного буферного розчину. Розчин в темній герметично закритій склянці стійкий не менше 1 міс. В день аналізу в необхідному об'ємі реакційної суміші розчиняють аскорбінову кислоту по  $30 \text{ мг}$  на кожні  $25 \text{ см}^3$  суміші.

**Приклад.** На загальний об'єм суміші  $250 \text{ см}^3$ , необхідний на 10 визначень алюмінію, беруть  $10 \text{ см}^3$  розчину сульфату амонію,  $20 \text{ см}^3$  розчину алюмініону,  $220 \text{ см}^3$  розбавленого буферного розчину і  $300 \text{ мг}$  аскорбінової кислоти.

3.3. Приготування розчину амонію надсірчанокислого.

Розчин готують безпосередньо перед проведенням аналізу з розрахунку  $5,0 \text{ г}$  солі на  $10 \text{ см}^3$  дистильованої води, перемішують до повного розчинення солі.

#### **4. Побудова градувального графіка.**

В мірні колби або колби конічні місткістю  $50 \text{ см}^3$  поміщають  $0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,7; 1,0$  і  $1,4 \text{ см}^3$  робочого стандартного розчину, що відповідає  $0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0$  і  $14,0 \text{ мкг}$  алюмінію або в розрахунку на  $25 \text{ см}^3$  аналізованої проби  $0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,28; 0,40$  і  $0,56 \text{ мг/дм}^3$  алюмінію, додають відповідно  $25,0; 24,9; 24,8; 24,6; 24,3; 24,0$  і  $23,6 \text{ см}^3$  підкисленої дистильованої води ( $3 \text{ см}^3$  соляної кислоти на  $1000 \text{ см}^3$  дистильованої води), перемішують і приливають по  $25,0 \text{ см}^3$  реакційної суміші. Перемішують і через 25-30 хв вимірюють оптичну густину розчинів при  $540 \text{ нм}$  відносно нульового розчину. Визначення повторюють ще два-три рази і обчислюють середнє значення оптичних густин для кожного розчину. За отриманими даними будують градувальний графік залежності оптичної густини розчинів від концентрації алюмінію в  $\text{мг/дм}^3$  або розраховують рівняння регресії.

Графік слід перевіряти за трьома-чотирма точкам щотижня і будувати заново при використанні нової партії алюмініону.

#### **5. Проведення аналізу.**

5.1. Вплив заліза(III), що утворює аналогічно забарвлену сполуку, усувається відновленням його аскорбіновою кислотою. При цьому усувається також вплив залишкового хлору при концентрації його до  $0,5 \text{ мг/дм}^3$ . При наявності у воді залишкового хлору більше  $0,5 \text{ мг/дм}^3$  його вплив усувається додаванням еквівалентної кількості розчину сірчановатістокислого натрію.

5.2. У пробі води, що містить фториди (фосфати та поліфосфати) в концентраціях не більше  $0,3 \text{ мг/дм}^3$  та  $0,2 \text{ мг/дм}^3$  відповідно, а також не містить органічних речовин (фульвокислот, амінополікарбонових кислот), що зв'язують алюміній в міцні комплекси, алюміній визначається безпосередньо. Для цього в

мірну колбу або конічну колбу місткістю  $50 \text{ см}^3$  поміщають  $25,0 \text{ см}^3$  проби досліджуваної підкисленої води (якщо масова концентрація алюмінію більше гранично допустимої, що дорівнює  $0,5 \text{ мг/дм}^3$ , то на аналіз беруть або  $10,0$  або  $5,0 \text{ см}^3$ , та розводять пробу до  $25 \text{ см}^3$  підкисленою дистильованою водою). Додають  $25,0 \text{ см}^3$  реакційної суміші та розчин перемішують. У разі відсутності реакційної суміші до  $25,0 \text{ см}^3$  проби додають  $1 \text{ см}^3$  розчину сульфату амонію, додають  $30 \text{ мг}$  аскорбінової кислоти, розчин перемішують і додають  $2 \text{ см}^3$  розчину алюмінію. Розчин знову ретельно перемішують і доводять до мітки розведеним ацетатним буферним розчином.

Одночасно готують нульовий розчин і далі вимірюють оптичну густину, як при побудові градуувального графіка.

5.3. При вмісті фторидів більше  $0,3 \text{ мг/дм}^3$ , фосфатів і поліфосфатів більш  $0,2 \text{ мг/дм}^3$ , а також при наявності органічних речовин для усунення їх заважаючого впливу, пробу води попередньо обробляють надсірчаноокислим амонієм. Для цього  $25,0 \text{ см}^3$  проби поміщають в термостійкий стакан місткістю  $50 \text{ см}^3$ , доливають  $0,5 \text{ см}^3$  розчину надсірчаноокислого амонію і випарюють пробу до білої густої пари сірчаної кислоти (майже насухо). Стакан охолоджують, обмивають стінки невеликою кількістю дистильованої води і випарювання повторюють. До вологого залишку після охолодження порціями доливають  $25 \text{ см}^3$  підкисленої дистильованої води. Розчин перемішують і переносять у мірну колбу або конічну колбу місткістю  $50 \text{ см}^3$ . Нейтралізують надмірну кислотність розчином гідроокису натрію до  $\text{pH} \sim 2$  (зазвичай потрібно 1-2 краплі розчину гідроокису) і додають потім  $25,0 \text{ см}^3$  реакційної суміші. Вимірюють оптичну густину розчину, як описано вище, і з отриманого результату віднімають оптичну густину нульової проби. Нульову пробу отримують, обробляючи аналогічно надсірчаноокислим амонієм  $25,0 \text{ см}^3$  підкисленої дистильованої води.

## **6. Обробка результатів.**

За градуувальним графіком або за рівнянням регресії знаходять масову концентрацію алюмінію у воді  $\text{мг/дм}^3$ . За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації алюмінію у воді?
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 5) Які границі вимірювання концентрації алюмінію за даним методом?
- 6) Які речовини заважають визначенню концентрації алюмінію за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Наведіть порядок побудови градуувального графіка.
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації алюмінію.
- 10) Проведіть визначення концентрації алюмінію у досліджуваній воді.
- 11) Розрахуйте кількість сухого  $\text{NaOH}$  для виготовлення  $100 \text{ см}^3$  40 % розчину натрію гідроокису.

12) Які іони не зв'язують алюміній в міцні комплекси та не заважають визначенню алюмінію з алюміноном?

## Лабораторна робота № 9. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МОЛІБДЕНУ

### 1. Сутність методу

Метод заснований на утворенні забарвленої в оранжево-червоний колір комплексної сполуки п'ятивалентного молібдену з роданідом. Відновлення  $\text{Mo}^{6+}$  до  $\text{Mo}^{5+}$  проводиться двохлористим оловом. Чутливість методу становить (об'єм досліджуваної води  $100 \text{ см}^3$ )  $2,5 \text{ мкг/дм}^3$ .

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару  $1 \text{ см}$ . Ваги лабораторні. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $10$ ;  $50$  та  $100 \text{ см}^3$  без поділок; циліндри мірні на  $10$  та  $100 \text{ см}^3$ , колби мірні  $100$  та  $1000 \text{ см}^3$ ; бюретки з краном місткістю  $25 \text{ см}^3$ . Пробірки колориметричні з притертими пробками. Ділильні воронки місткістю  $250 \text{ см}^3$ .

2.2. Розчин амонію молібденовокислого основний ( $0,1 \text{ г/дм}^3 \text{ Mo}^{6+}$ ), спирт ізоаміловий, розчин калію марганцевокислого ( $0,1 \text{ Н}$ ), розчин кислоти сірчаної ( $1:1$ ), кислота соляна, розчин калію роданістого ( $25 \%$ ), розчин калію-натрію виннокислого (сегнетова сіль,  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) ( $33 \%$ ), розчин олова двохлористого ( $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ( $20 \%$ ), олово металеве, вуглець чотирихлористий.

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину молібденовокислого амонію

$10 \text{ см}^3$  основного розчину молібденовокислого амонію розводять дистильованою водою до  $1 \text{ дм}^3$ .  $1 \text{ см}^3$  розчину містить  $1 \text{ мкг Mo}^{6+}$ .

Необхідно застосовувати свіжий розчин.

### 4. Побудова градуювального графіка.

Для приготування градуювального графіка в мірні колби місткістю  $100 \text{ см}^3$  відбирають  $0,0$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $4,0$ ;  $8,0$ ;  $16,0 \text{ см}^3$  робочого стандартного розчину  $\text{Mo}^{6+}$  (це відповідає  $0,0$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $4,0$ ;  $8,0$ ;  $16,0 \text{ мкг Mo}^{6+}$ ), доводять об'єм до  $100 \text{ см}^3$  дистильованою водою і обробляють так само, як досліджувану воду (п.5 друга операція). Інтенсивність отриманого забарвлення вимірюють фотометрично. Оптичну густину вимірюють з блакитним світлофільтром ( $\lambda=470-480 \text{ нм}$ ), використовуючи кювети товщиною робочого шару  $1,0 \text{ см}$ .

При складанні калібрувального графіка від значень оптичних густин досліджуваної води віднімають оптичну густину контрольної проби (екстракт з дистильованої води, обробленої за пунктом 5.1) та отримані різниці наносять на графік проти відповідної кількості молібдену.

### 5. Проведення аналізу.

Для підвищення чутливості методу і усунення заважаючого впливу більшості елементів пофарбований молібденово-роданідний комплекс екстрагують малим об'ємом органічного розчинника. Визначення складається з

двох операцій: перша - видалення органічних речовин, при цьому відбувається насичення досліджуваної води ізоаміловим спиртом; друга - екстракція органічним розчинником роданідного комплексу молібдену.

Для виконання першої операції 100 см<sup>3</sup> досліджуваної води поміщають у ділильну воронку місткістю 250 см<sup>3</sup>. Потім додають 8-10 см<sup>3</sup> розчину сірчаної кислоти, по краплях розчин марганцевокислого калію до стійкого рожевого забарвлення (що не зникає протягом 5 хв) і 2 см<sup>3</sup> суміші ізоамілового спирту з чотирьохлористим вуглецем (1:1). Розчин у воронці збовтують протягом 30 с і залишають у спокої до розшарування. Якщо шар органічного розчинника, відокремлений після екстракції у пробірку, безбарвний, приступають до другої операції. При наявності зафарбованого шару екстракцію органічної речовини повторюють до отримання прозорого шару.

Потім виконують другу операцію. Для цього після видалення органічної речовини до розчину у ділильну воронку додають 2 см<sup>3</sup> розчину сегнетової солі, 4 см<sup>3</sup> розчину роданистого калію і 2 см<sup>3</sup> розчину двоохлористого олова. Після додавання кожного реактиву проводять перемішування. Потім додають з бюретки точно 5 см<sup>3</sup> суміші ізоамілового спирту з чотирьохлористим вуглецем (1:1). Розчин струшують у воронці протягом 30 с і залишають до розшарування. Органічний шар з невеликою кількістю водного шару зливають в колориметричну пробірку і фотометрують за п.4. За градувальним графіком знаходять масу Mo<sup>6+</sup> в мкг.

#### **6. Обробка результатів.**

Вміст молібдену (X), мг/дм<sup>3</sup>, визначають за формулою

$$X = \frac{C}{V}, \quad (3.5)$$

де C – вміст молібдену, знайдений за калібрувальним графіком, мкг;

V – об'єм досліджуваної води, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

Допустима розбіжність між повторними визначеннями 25 відн. %.

*Контрольні питання.*

1) Поясніть сутність методу?

3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації молібдену?

4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?

5) Яка чутливість вимірювання концентрації молібдену за даним методом?

6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?

7) Яким чином підвищують чутливість методу та усувають вплив речовин, що заважають визначенню концентрації молібдену за даним методом?

8) Наведіть порядок побудови градувального графіка.

9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації молібдену.

10) Проведіть визначення концентрації молібдену у досліджуваній воді.

### Лабораторна робота № 10.

#### ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ ЦИНКУ ЗА ДОПОМОГОЮ ДІТІЗОНУ

##### 1. Сутність методу.

Метод заснований на утворенні забарвленої в червоний колір сполуки цинку з дітізоном з подальшим отриманням дітізоната цинку в шарі чотирихлористого вуглецю (при рН=4,5-4,8).

Чутливість методу становить (обсяг досліджуваної води 100 см<sup>3</sup>) – 5 мкг/дм<sup>3</sup>.

## **2. Апаратура та реактиви.**

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2-5 см. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки місткістю 10 та 100 см<sup>3</sup> без поділок; піпетки місткістю 2 та 5 см<sup>3</sup> з поділками 0,01 і 0,1 см<sup>3</sup>; бюретки 25 см<sup>3</sup>; воронка ділильна 150 - 200 см<sup>3</sup>. Колориметричні пробірки з притертими пробками.

2.2. Цинк металевий, розчин аміаку водного (25 %), розчини дітізону (діфенілтіокарбазону) у чотирихлористому вуглеці (CCl<sub>4</sub>) (0,01 % і 0,002 %), розчин натрію сірчановатистоокислий (тіосульфат натрію) (20 %), розчин кислоти соляної (1:1), розчин буферний ацетатний, вуглець чотирихлористий.

Реактиви, що використовуються в аналізі, повинні бути кваліфікації о.с.ч. Об'єм проби води для визначення вмісту цинку не має бути менше 300 см<sup>3</sup>.

## **3. Приготування розчинів.**

3.1. Приготування основного стандартного розчину цинку

0,100 г чистого металевого цинку розчиняють в пробірці 2 см<sup>3</sup> розчину соляної кислоти, розчин переносять в мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> і доводять дистильованою водою до мітки. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 100 мкг Zn<sup>2+</sup>.

3.2. Приготування робочого стандартного розчину цинку

Основний розчин розбавляють 1:100. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 1 мкг Zn<sup>2+</sup>. Необхідно застосовувати свіжий розчин.

## **4. Побудова градуювального графіка.**

Для приготування градуювального графіка в мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup> відбирають 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 і 5,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину Zn (1 см<sup>3</sup> розчину містить 1 мкг Zn<sup>2+</sup>), доводять об'єм дистильованою водою до 100 см<sup>3</sup> і обробляють так само, як досліджувану воду (п.5.1). Градуювальні зразки відповідно будуть містити 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг Zn<sup>2+</sup>. Інтенсивність отриманого забарвлення вимірюють фотометрично. Оптичну густину вимірюють з блакитним світлофільтром ( $\lambda=470-480$  нм) в кюветах товщиною робочого шару 1,0 см.

При складанні калібрувального графіка від значень оптичних густин досліджуваної води віднімають оптичну густину контрольної проби (екстракт з дистильованої води, обробленої за пунктом 5.1) та отримані різниці наносять на графік проти відповідної кількості цинку.

## **5. Проведення аналізу.**

За даним методом визначають цинк в кількості від 5 до 50 мкг/дм<sup>3</sup>. Якщо потрібно визначити кількість цинку, що виходить за вказані межі, відбирають на визначення відповідно більшу або меншу кількість води.

Визначення цинку заважає вміст міді більше 0,001 мг у досліджуваній воді. При вмісті міді більше 0,001 мг її зв'язують у комплекс додаванням сірчановатистоокислого натрію з розрахунку на кожні 10 мкг міді в досліджуваній воді 5 см<sup>3</sup> розчину Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. При вмісті окисного заліза більше



0,05 мг і закисного заліза більше 0,03 мг у досліджуваній пробі води необхідно воду попередньо розбавити очищеною дистильованою водою і потім профільтрувати через щільний фільтр, промитий гарячою дистильованою водою.

5.1. 100 см<sup>3</sup> досліджуваної води, підкисленої при відборі (якщо досліджувана вода не була підкислена, її підкисляють 2-3 краплями розчину соляної кислоти), поміщають у ділильну воронку місткістю 150-200 мл. Додають 5 см<sup>3</sup> буферного розчину, перемішують, приливають 1 см<sup>3</sup> розчину сірчарноватистоокислого натрію і знову перемішують. Додають з бюретки 4 см<sup>3</sup> робочого розчину дітізону в чотиреххлористом вуглеці (0,01 %) і енергійно струшують протягом 2 хв. Забарвлення розчину дітізону в залежності від вмісту цинку змінюється від зеленого до червоного. Ставлять воронку вертикально в штатив і чекають розшарування рідин. Екстракт дітізоната зливають в колориметричну пробірку з притертою пробкою. До водного розчину в ділильній воронці доливають знову 2 см<sup>3</sup> розчину дітізону. Енергійно струшують протягом 2 хв і після розділення рідин зливають шар дітізоната цинку в ту ж пробірку.

Перемішують і фотометрують за п.4. За градууювальним графіком знаходять масу  $Zn^{2+}$  в мкг.

5.2. Якщо концентрація цинку в досліджуваній воді не перевищує 50 мкг/дм<sup>3</sup>, весь цинк з досліджуваної води зазвичай переходить в дітізонат при першому струшуванні. Колір розчину дітізону при повторній екстракції залишається зеленим. Якщо колір розчину дітізону буде мати інше забарвлення, то це означає, що у воді міститься цинку понад 50 мкг/дм<sup>3</sup>. У цьому випадку визначення повторюють, відбираючи для аналізу 50-25 см<sup>3</sup> досліджуваної води. При цьому кількість доданого буферного розчину і серноватістокислого натрію залишається колишнім. Якщо необхідно брати ще меншу кількість досліджуваної води, її потрібно розбавляти очищеною дистильованою водою до об'єму 25 см<sup>3</sup>. При малих концентраціях цинку в досліджуваній воді (0,5-1,0 мкг в досліджуваній воді) екстракцію слід проводити більш розведеним розчином дітізону (0,002 %). При першій екстракції додають 3 см<sup>3</sup> 0,002 %-ного розчину дітізону, другий раз 1 см<sup>3</sup>. Отримані екстракти зливають разом у пробірку з притертою пробкою і фотометрують. Градууювальний графік (0,5-1,0 мкг  $Zn^{2+}$ ) будують в тих же умовах.

## 6. Обробка результатів.

Вміст цинку (X), мкг/дм<sup>3</sup>, визначають за формулою

$$X = \frac{a}{V}, \quad (3.6)$$

де a – вміст цинку, знайдений за градууювальним графіком, мкг;

V – об'єм досліджуваної води, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

Допустима розбіжність між повторними визначеннями - 5 мкг/дм<sup>3</sup>, якщо вміст цинку не перевищує 20 мкг/дм<sup>3</sup>; при більш високих концентраціях - 25 відн. %.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу?*
- 3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення концентрації цинку у воді?*
- 4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?*
- 5) Які границі вимірювання концентрації цинку за даним методом?*
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації цинку за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?*
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?*
- 8) Наведіть порядок побудови градувального графіка.*
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу при визначенні концентрації цинку.*
- 10) Проведіть визначення концентрації цинку у досліджуваній воді.*
- 11) З якою ціллю використовують чотирихлористий вуглець при визначенні цинку?*
- 12) Яку характерну хромофорну групу має дітізон?*
- 13) Розрахуйте кількість кристалічного  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  для виготовлення  $50 \text{ см}^3$  20 % розчину тіосульфату натрію.*

## ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Бабко А.К., Пилипенко А.Г. Фотометрический анализ. – М.: Химия, 1968. – 389 с.
2. Булатов М.И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
3. Васильев В.П. Теоретические основы физико-химических методов анализа. – М.: Высш. шк., 1979. – 184 с.
4. Иоффе Б. В., Костиков Р. Р., Разин В. В. Физические методы определения строения органических молекул. – Л.: ЛГУ, 1976. – 344 с.
5. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Книга 3. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Химия, 1970. – 472 с.
6. Скугг Д., Уэксст Д. Основы аналитической химии. Т.2. – М.: Мир, 1979. – 438 с.
7. Фритц Дж., Шэнк Г. Количественный анализ. – М.: Мир, 1978. – 443 с.
8. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ. Т.1. Под ред. Москвина Л.Н. – СПб.: Академия, 2008. – 576 с.
9. Марченко З., Бальцежак М. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. – М.: БИНОМ Лаборатория знаний, 2007. – 712с.
10. Мак-Махон Дж. Аналитические приборы. – С-ПБ.: Профессия, 2009. – 590 с.
11. Кристиан Г. Аналитическая химия. Т.2. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 504 с.
12. Отто М. Современные методы аналитической химии.–М.:Техносфера,2008.– 544с.
13. Родинков О.В., Бокач Н.А., Булатов А.В. Основы метрологии физико-химических измерений и химического анализа. – СПб.: ВВМ., 2010. – 133 с.
14. Спектрофотометр UV-5800РС. Руководство пользователя. Перевод с английского Н.А.Сивченко и С.Н.Шийка, NMBU/ Проект «Гармония воды» ([www.waterh.net](http://www.waterh.net)).
15. Мухина З.С., Никитина Е.И. и др. Методы анализа металлов и сплавов / Под ред. З.С. Мухиной. – Москва: ОБОРОНГИЗ, 1959. – 528 с.