

Тема 6.4 Определение железа (III) в виде роданида методом градуировочной кривой – 6 ч.

Изучите методику «Определение железа (III) в виде роданида методом градуировочной кривой»

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
 - сделать расчеты
 - определить массовое содержание железа в растворе, в мг/см³
 - сделать расчеты погрешности результата измерений (заполнить таблицу) и привести все расчеты

Литература:

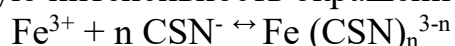
Методика «Определение железа (III) в виде роданида методом градуировочной кривой» / В.Б. Алесковский. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. Издательство Химия, М. 1964 г. – 560 с. – стр. 70 - 73

Методика для проведения лабораторного занятия «Определение железа (III) в виде роданида методом градуировочной кривой»

Цель работы. Фотоколориметрическое определение массового содержания вещества в растворе по измеренному значению оптической плотности при помощи градуировочной (калибровочной) кривой, построенной по серии эталонных растворов.

1. Сущность метода.

Ион железа (III) с ионами роданида, в зависимости от концентрации последних, образует ряд комплексных ионов кроваво-красного цвета, обуславливающих различную интенсивность окрашенного раствора:



где n – число ионов роданида, связанных в железероданидный комплекс; n может изменяться от 1 до 6.

2. Оборудование и реактивы

- Спектрофотометр
- Весы лабораторные с погрешностью взвешивания $\pm 0,0001$ г
- Мерные колбы емкостью 50 см³ — 7 шт., емкостью 100 см³ — 1 шт.
- Пипетки градуированные на 1 см³ и на 10 см³

- Железо-аммонийные квасцы, Сульфат железа (III)-аммония $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, сухой, х.ч.
- Азотная кислота, разбавленная 1:1
- Серная кислота концентрированная, х.ч. (пл. 1,84 г/см³)
- Роданид аммония (или роданид калия), 10% раствор

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление стандартного раствора соли железа с концентрацией 0,1 мг/см³

Навеску массой 0,0864 г не выветренных железо-аммонийных квасцов переносят в мерную колбу на 100 см³ и растворяют в дистиллированной воде, подкисленной 5 см³ серной кислоты и доводят объем раствора до метки.

4. Проведение испытаний

4.1. Построение калибровочной кривой

В мерные колбы на 50 см³ последовательно вливают:

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
V стандартного раствора соли железа с концентрацией 0,1 мг/см ³ , см ³	0	0,5	1,0	2,0	4,0	5,0
V HNO ₃ , см ³	1	1	1	1	1	1
V NH ₄ CSN (или KCSN), см ³	5	5	5	5	5	5

Добавляют дистиллированной воды до метки, перемешивают.

4.2. Снятие показаний

Измеряют оптическую плотность при $\lambda = 400 - 480$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см (10 мм).

Вследствие быстрого разрушения окраски колориметрируемого раствора, раствор роданида следует приливать непосредственно перед измерением.

5. Приготовление анализируемой пробы

Исследуемый раствор, содержащий от 0,05 до 0,5 мг железа, объемом 3,0 см³ помещают в мерную колбу на 50 см³, подкисляют 1 см³ разбавленной (1:1) азотной кислотой, прибавляют 5 см³ 10%-ного раствора роданида аммония (или роданида калия).

Добавляют дистиллированной воды до метки, перемешивают.

Измеряют оптическую плотность при $\lambda = 400 - 480$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см (10 мм).

Готовят не менее 5 анализируемых проб.

6. Обработка результатов

6.1. Определение концентрации железа в калибровочных растворах

По приготовленным растворам вычислить концентрации железа в калибровочных растворах по формуле:

$$C_{Fe} = \frac{C_1 \cdot V_1}{50}, \text{ мг/см}^3$$

где

C_{Fe} – концентрация железа в 50 см³ калибровочного раствора, мг/см³

50 – объем мерной колбы, в которых приготовлены растворы, см³

C_1 – концентрация стандартного раствора соли железа, мг/см³

V_1 – объем стандартного раствора соли железа, отобранный в определенную калибровочную мерную колбу, см³

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
V стандартного раствора соли железа с концентрацией 0,1 мг/см ³ , см ³	0	0,5	1,0	2,0	4,0	5,0
C_{Fe} , мг/см ³						

6.2. Определение концентрации железа в исследуемом растворе C_x

По приготовленным растворам строят калибровочный график. Концентрацию железа в исследуемом растворе C_x определяют по уравнению кривой.

Вычисление результатов испытаний записывают с точностью до четвертого знака после запятой.

6.3. Определение массового содержания железа X_{Fe} , мг/см³ в исследуемом растворе

Массовое содержание железа X_{Fe} , мг/см³ в исследуемом растворе вычисляют по формуле

$$X_{Fe} = C_x \cdot f$$

где

C_x – концентрация железа в исследуемом растворе, найденная по уравнению кривой, мг/см³

f – коэффициент разбавления пробы, который равен

$$f = \frac{50}{V_{\text{пробы}}},$$

где

50 – это объем мерной колбы, в которой был приготовлен исследуемый раствор, см³

$V_{\text{пробы}}$ – объем исследуемого раствора, отобранного для анализа, см³.

Вычисление результатов испытаний записывают с точностью до третьего знака после запятой.

Результаты заносят в таблицу.

№ измерения	C_x	X_{Fe}
1		
2		
3		
4		
5		

6.3. Погрешности результата измерений

Рассчитать погрешности измерений используя методы математической и статистической обработки данных (в столбцах 2,3,4,6,7,8,9 данные записывают с точностью до третьего знака после запятой)

№ измерения	$X_{Fe} (i)$	$X_{Fe}^{\circ x}$	$X_{Fe} (i) - X_{Fe}^{\circ x}$	$(X_{Fe} (i) - X_{Fe}^{\circ x})^2$	S	S_x	$S_r, \%$	$\varepsilon, \%$
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1								
2								
3								
4								
5								
	$\Sigma X_{Fe} (i)$			ΣX				

$X_{Fe} (i)$ – значение концентрации исследуемого раствора i -того измерения

$X_{Fe}^{\circ x}$ – среднеарифметическое значение

$\Sigma X_{Fe} (i)$ – сумма всех значение концентрации исследуемого раствора

ΣX - сумма всех значений $(X_{Fe} (i) - X_{Fe}^{\circ x})^2$

S – среднеквадратичное отклонение (СКО)

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma X}{n - 1}}, \text{ где } n - \text{ количество измерений}$$

S_x – средне-опытное среднего арифметического значения среднеквадратичного отклонения

$$S_x = \frac{S}{\sqrt{n}}, \text{ где } n - \text{ количество измерений}$$

S_r – относительное стандартное отклонение

$$S_r = \frac{S}{X_{Fe}^{\circ x}} \cdot 100\%$$

ε - доверительный интервал

$$\varepsilon = \pm t_{cm} \cdot S_x$$

t_{cm} – коэффициент Стьюдента, для $n = 5$, $t_{cm} = 2,78$

Результаты измерения записать в следующем виде

$$X_{Fe \text{ } x} \pm \varepsilon, \text{ мг/см}^3 \text{ при доверительной вероятности } P = 0,95$$

Данные для оформления лабораторного занятия

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
Оптическая плотность калибровочных растворов	0	0,068	0,137	0,252	0,549	0,674

	№ измерения				
	1	2	3	4	5
Оптическая плотность исследуемого раствора, A_x	0,393	0,427	0,349	0,412	0,389

В лабораторном отчете обязательно должны быть следующие записи:

1. Определение концентрации железа в калибровочных растворах

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
V стандартного раствора соли железа с концентрацией 0,1 мг/см ³ , см ³	0	0,5	1,0	2,0	4,0	5,0
C_{Fe} , мг/см ³						

2. Таблица зависимости оптической плотности от концентрации железа в калибровочных растворах

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
C_{Fe} , мг/см ³						
Оптическая плотность калибровочных растворов	0	0,068	0,137	0,252	0,549	0,674

3. График зависимости оптической плотности от концентрации железа в калибровочных растворах с линией тренда, уравнением кривой, величиной аппроксимации.

4. Значения концентрации железа в исследуемом растворе C_x и массового содержания железа X_{Fe}

№ измерения	C_x	X_{Fe}
1		
2		
3		
4		
5		

5. Расчет погрешности измерений (в столбах 2,3,4,6,7,8,9 данные записывают с точностью до третьего знака после запятой)

№ измерения	$X_{Fe} (i)$	$X_{Fe}^{\circ x}$	$X_{Fe} (i) - X_{Fe}^{\circ x}$	$(X_{Fe} (i) - X_{Fe}^{\circ x})^2$	S	S_x	$S_r, \%$	$\varepsilon, \%$
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1								
2								
3								
4								
5								
	$\Sigma X_{Fe} (i)$			ΣX				

6. Запись результата анализа в виде

$$X_{Fe}^{\circ x} \pm \varepsilon, \text{ мг/см}^3 \text{ при доверительной вероятности } P = 0,95$$