

Тема 6.2 Спектрофотометрическое определение содержания хрома (VI) и марганца (VII) при совместном присутствии – 6 ч.

Изучите методику «Спектрофотометрическое определение содержания хрома (VI) и марганца (VII) при совместном присутствии»

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
 - построить 3 графика
 - сделать расчеты
 - определить содержание марганца и хрома в растворе, в мг/см³

Литература:

1. Методика «Спектрофотометрическое определение содержания хрома и марганца при совместном присутствии» / В.Б. Алесковский. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. Издательство Химия, М. 1964 г. – 560 с. – стр. 90-93

2. Методика «Спектрофотометрическое определение содержания хрома и марганца при совместном присутствии»/ Н.Г. Никитина, А.Г. Борисов, Т.И. Хаханина. Аналитическая химия: учебник и практикум для СПО / под ред. Н.Г. Никитиной. – 4 – е изд., перераб. И доп. – Москва: Издательство Юрайт, 2020. – 394 с. – стр. 284-285

Методика для проведения лабораторного занятия «Спектрофотометрическое определение содержания хрома (VI) и марганца (VII) при совместном присутствии»

Цель работы. Спектрофотометрическое определение концентрации двух компонентов при наличии в спектре поглощения участка, в котором поглощает лишь один из компонентов.

Задание. Определить содержание хрома (VI) и марганца (VII) при совместном присутствии. Провести статистическую обработку и обсуждение результатов анализа.

1. Сущность метода

Для определения хрома и марганца при совместном присутствии их окисляют соответственно до бихромата и перманганата. Оптическая плотность исследуемого раствора пропорциональна содержанию марганца и хрома. В растворе не должны присутствовать восстановители, в том числе и хлорид-ионы.

2. Теоретические положения

При определении марганца и хрома при их совместном присутствии наиболее удобен метод калибровочного графика.

Этот метод применим во всех случаях определения двух компонентов, когда имеется такой участок спектра, где поглощением одного из компонентов можно пренебречь (условный вид спектра представлен на рис.1).

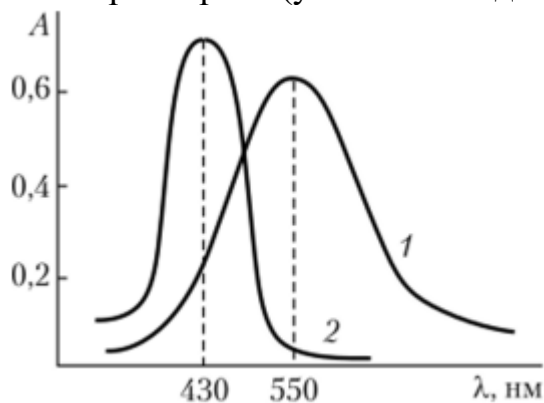


Рис. 1 Спектры поглощения перманганата калия (1) и бихромата калия (2)

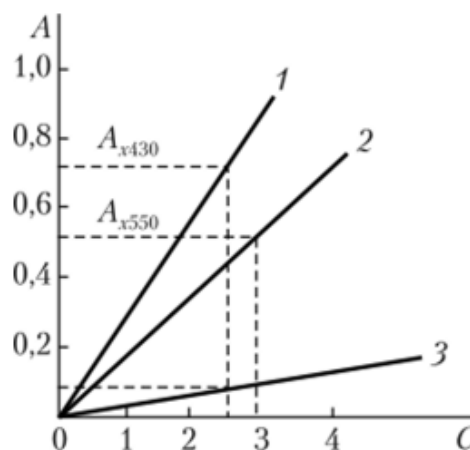


Рис. 2. Калибровочные графики для определения хрома и марганца при их совместном присутствии:
1 — $K_2Cr_2O_7$ ($\lambda = 430$ нм); 2 — $KMnO_4$, ($\lambda = 550$ нм); 3 — $KMnO_4$ ($\lambda = 430$ нм)

Так, из рис. 1 видно, что оптимальная длина волны для определения $K_2Cr_2O_7$ $\lambda = 430$ нм, для $KMnO_4$ $\lambda = 550$ нм, но при этом он проходит через $\lambda = 430$ нм.

Поэтому, для дальнейшего определения строят калибровочные графики для стандартного раствора бихромата калия, измеряя оптическую плотность раствора при $\lambda = 430$ нм (кривая 1 на рис. 2) и для стандартного раствора перманганата калия, измеряя оптическую плотность раствора при двух длинах волн: $\lambda = 430$ нм и $\lambda = 550$ нм (кривые 2 и 3 на рис. 2).

Определение концентрации марганца в исследуемом растворе

Измеряют оптическую плотность A_{x550} исследуемой смеси $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ при $\lambda = 550$ нм.

По кривой 2 определяют концентрацию марганца C_{Mn} в исследуемом растворе, так как влиянием $K_2Cr_2O_7$ при этой длине волны можно пренебречь.

Определение концентрации хрома в исследуемом растворе

Измеряют оптическую плотность A_{x430} исследуемой смеси $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ при $\lambda = 430$ нм.

Это общая оптическая плотность представляет собой сумму оптических плотностей компонентов при той же длине волны:

$$A_{x430} = A_{Cr430} + A_{Mn430}$$

где

A_{x430} — оптическая плотность исследуемой смеси $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$

A_{Cr430} – оптическая плотность $K_2Cr_2O_7$ (при $\lambda = 430$ нм), находящемся в смеси

A_{Mn430} – оптическая плотность $KMnO_4$ (при $\lambda = 430$ нм), находящемся в смеси

Значение A_{Mn430} определяют по кривой 3, зная C_{Mn} в исследуемой смеси, которое найдено по кривой 2.

Зная величины A_{x430} и A_{Mn430} , находят:

$$A_{Cr430} = A_{x430} - A_{Mn430}$$

По значению A_{Cr430} и по кривой 1 определяют концентрацию хрома C_{Cr} в исследуемой смеси.

Измерение оптической плотности производят на спектрофотометре.

3. Оборудование и реактивы

Спектрофотометр.

Кюветы 1 см (10 мм), 3—4 шт.

Колбы мерные емкостью 50 см³, 10 шт.

Колбы мерные емкостью 100 см³, 3 шт.

Перманганат калия $KMnO_4$ с концентрацией 0,1 н

Бихромат калия $K_2Cr_2O_7$, сухой, х.ч.

Серная кислота, разбавленная 1:1

4. Подготовка к анализу

4.1. Приготовление стандартного раствора перманганата калия с концентрацией 0,1 мг/см³

9,1 см³ раствора $KMnO_4$ с концентрацией 0,1 н разбавляют водой до 100 см³.

4.2. Приготовление стандартного раствора бихромата калия с концентрацией 0,1 мг/см³

Навеску массой 0,0282 г $K_2Cr_2O_7$ растворяют в мерной колбе на 100 см³.

5. Проведение испытаний

5.1. Построение калибровочного графика перманганата калия

В мерные колбы емкостью 50 см³ помещают:

	№ мерных колб				
	1	2	3	4	5
V стандарт. р-ра $KMnO_4$ с концентрацией 0,1 мг/см ³ , см ³	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0
H_2SO_4 , разб. 1:1, см ³	5	5	5	5	5
Концентрация $KMnO_4$, мг/50 см ³	0,10	0,25	0,50	0,75	1,00

Добавляют дистиллированной воды до метки и измеряют оптическую плотность перманганата калия при $\lambda = 430$ нм и $\lambda = 550$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см (10 мм).

По полученным данным строят два калибровочных графика при $\lambda = 430$ нм и $\lambda = 550$ нм, как кривые 2 и 3 на рис.2.

5.2. Построение калибровочного графика бихромата калия

В мерные колбы емкостью 50 см³ помещают:

	№ мерных колб				
	1	2	3	4	5
V стандарт. р-ра $K_2Cr_2O_7$ с концентрацией 0,1 мг/см ³ , см ³	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0
H_2SO_4 , разб. 1:1, см ³	5	5	5	5	5
Концентрация $K_2Cr_2O_7$, мг/50 см ³	0,10	0,25	0,50	0,75	1,00

Добавляют дистиллированной воды до метки и измеряют оптическую плотность бихромата калия при $\lambda = 430$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см (10 мм).

По полученным данным строят калибровочный график при $\lambda = 430$ нм, как кривая 1 на рис. 2.

5.3. Приготовление анализируемой пробы

20,00 см³ анализируемого раствора, содержащего перманганат- и дихромат-ионы (содержание в пределах 0,1 – 1,0 мг для каждого иона), 5 см³ H_2SO_4 , разбавленного 1:1 помещают в мерную колбу емкостью 50 см³, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность раствора при $\lambda = 430$ нм и $\lambda = 550$ нм в кюветах толщиной слоя 1 см (10 мм).

В качестве холостой пробы во всех замерах использовать дистиллированную воду. По полученным данным и кривым 1,2 и 3 находят содержание марганца и хрома в растворе.

Данные для оформления лабораторного занятия

1. Построение калибровочного графика перманганата калия

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
$\lambda = 430$ нм	0	0,010	0,050	0,114	0,180	0,245
$\lambda = 550$ нм	0	0,115	0,221	0,397	0,574	0,750

2. Построение калибровочного графика бихромата калия

	№ мерных колб					
	0	1	2	3	4	5
$\lambda = 430$ нм	0	0,245	0,367	0,569	0,772	0,975

3. Значение оптической плотности исследуемой смеси $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ при $\lambda = 430$ нм: 0.548

Значение оптической плотности исследуемой смеси $KMnO_4$ и $K_2Cr_2O_7$ при $\lambda = 550$ нм: 0.468