

Тема 6.3 Определение хрома в виде бихромата методом сравнения – 6 ч.

Изучите методику «Определение хрома в виде бихромата методом сравнения»

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 содержание хрома в растворе, в мг/см³
 - сделать расчет допускаемого расхождения между результатами
 - сделать расчет погрешности результата измерений (заполнить таблицу)

и привести все расчеты

Литература:

Методика «Определение хрома в виде хромата (бихромата) методом сравнения» / В.Б. Алесковский. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. Издательство Химия, М. 1964 г. – 560 с. – стр. 67-69

Методика для проведения лабораторного занятия «Определение хрома в виде бихромата методом сравнения»

Цель работы. Фотокolorиметрическое определение концентрации вещества в растворе методом сравнения оптической плотности, исследуемого и эталонного растворов.

1. Сущность метода

Для колориметрирования используется светопоглощение ионами, образованными шестивалентным хромом. Измеряют оптические плотности эталонного раствора известной концентрации и исследуемого раствора.

Максимальное поглощение света растворами бихромата наблюдается при $\lambda = 400\text{—}450$ нм.

2. Теоретические положения

Метод сравнения используется для однократных измерений.

Вывод формулы в методе сравнения подчиняется формуле по закону Бугера—Ламберта—Бера

$$A_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda} \cdot C \cdot l \quad (1)$$

где

A_{λ} – значение оптической плотности при определенной длине волны λ

ϵ_{λ} – молярный коэффициент погашения (экстинкции)
 C – концентрация вещества, поглощающего свет, экв-моль/л
 l – толщина слоя раствора, поглощающего свет, см

Измерения оптической плотности эталонного раствора известной концентрации и исследуемого раствора проводятся при одинаковой длине волны и одинаковых кюветах.

Значение ϵ в обоих случаях будет одинаковое (т.к. одинаковая длина волны) и данным значением можно пренебречь.

Отсюда, из уравнения 1, принимая за x – данные исследуемого раствора, а за ϵ – данные эталонного раствора известной концентрации, получаем:

$$A_x = l_x \cdot C_x \quad (2)$$

$$A_{\epsilon} = l_{\epsilon} \cdot C_{\epsilon} \quad (3)$$

Так как замеры проводятся в одинаковых кюветах, тогда $l_x = l_{\epsilon}$. Тогда уравнения 2 и 3 мы можем приравнять относительно значения l :

$$\frac{A_x}{C_x} = \frac{A_{\epsilon}}{C_{\epsilon}} \quad (4)$$

Тогда концентрацию элемента в исследуемом растворе C_x определяют по формуле

$$C_x = C_{\epsilon} \cdot \frac{A_x}{A_{\epsilon}} \quad (5)$$

Условия для проведения анализа:

1. Светопоглощение растворов должно подчиняться закону Бугера—Ламберта—Бера.
2. Чувствительность метода— 50 мкг в 50 см³ конечного объема при толщине слоя раствора $l = 50$ мм.
3. В исследуемом растворе не должны быть ионы ванадия, урана, марганца (II) и восстановителей.
4. Правильный выбор светофильтра.

Таблица соответствия цвета фильтра длине волны света¹

Длина волны, нм	Цвет фильтра	Цвет раствора
400-435	фиолетовый	желто-зеленый
435-480	синий	желтый
480-490	зеленовато-синий	оранжевый
490-500	сине-зеленый	красный
500-560	зеленый	пурпурный
560-580	желто-зеленый	фиолетовый
580-595	желтый	синий

¹ Химические процессы. Справочник – http://www.newchemistry.ru/himprocesses.php?cat_id=8

595-605	оранжевый	зеленовато-синий
605-730	красный	сине-зеленый
730-760	пурпурный	зеленый

2. Оборудование и реактивы

Спектрофотометр

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания $\pm 0,0001$ г

Мерные колбы емкостью 50 см^3 — 2 шт., емкостью 100 см^3 — 1 шт.

Конические колбы на 100 см^3

Пипетки градуированные на 1 см^3 и на 10 см^3

Бихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, сухой, х.ч.

Серная кислота, разбавленная 1:1

Нитрат серебра 0,05 н раствор.

Персульфат аммония, 25% раствор

Исследуемый раствор, содержащий 0,05—0,1 мг хрома (III)

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^3$

Навеску массой $0,0282$ г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ растворяют в мерной колбе на 100 см^3 .

3.2. Приготовление эталонного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с концентрацией $0,075 \text{ мг/} 50 \text{ см}^3$

$0,75 \text{ см}^3$ стандартного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^3$, растворяют в мерной колбе на 50 см^3 .

3.3. Приготовление анализируемой пробы

В коническую колбу на 100 см^3 помещают 10 см^3 исследуемого раствора, содержащего 0,05—0,1 мг хрома (III), прибавляют 5 см^3 0,05 н. раствора AgNO_3 , 10 см^3 25%-ного раствора персульфата аммония, 5 см^3 серной кислоты, разбавленной (1:1), и нагревают до кипения. После кипятят в течение 5 мин.

Содержимое колбы охлаждают, переливают в мерную колбу на 50 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Готовят не менее двух анализируемых проб.

4. Проведение испытаний

4.1. Определение оптической плотности эталонного раствора $A_э$

Отбирают объем эталонного раствора, равный объему исследуемого раствора, помещают его в такую же кювету, в которую помещен исследуемый раствор, и измеряют оптическую плотность, применяя синий светофильтр.

4.2. Определение оптической плотности исследуемого раствора A_x

Отбирают часть исследуемого раствора (в зависимости от емкости кюветы) и измеряют оптическую плотность, применяя синий светофильтр.

По концентрации определяемого элемента, найденной из измеренного значения оптической плотности, находят общее содержание хрома.

Оптические плотности исследуемого и эталонного растворов измеряют по отношению к нулевому раствору (дистиллированной воде) на спектрофотометре по инструкции к прибору.

5. Обработка результатов

5.1. Определение концентрации хрома в исследуемом растворе C_x

Концентрацию элемента в исследуемом растворе C_x определяют по формуле

$$C_x = C_э \cdot \frac{A_x}{A_э}$$

где

$C_э$ – концентрация эталонного раствора, мг/см³

C_x – концентрация исследуемого раствора, мг/см³

A_x – оптическая плотность исследуемого раствора

$A_э$ – оптическая плотность эталонного раствора

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

5.2. Расчет допускаемого расхождения между результатами

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений в пределах допускаемых расхождений. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений величин 0,5%.

5.3. Погрешности результата измерений

Рассчитать погрешности измерений используя методы математической и статистической обработки данных

№ измерения	$C_x(i)$	C_x^o	$C_x(i) - C_x^o$	$(C_x(i) - C_x^o)^2$	S	S_x	$S_r, \%$	$\epsilon, \%$
1								
2								
	$\Sigma C_x(i)$			ΣC				

$C_x(i)$ – значение концентрации исследуемого раствора i -того измерения

C_x^o – среднеарифметическое значение

$\Sigma C_x(i)$ – сумма всех значение концентрации исследуемого раствора

ΣC - сумма всех значений $(C_x(i) - C_x^o)^2$

S – среднеквадратичное отклонение (СКО)

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

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

$$S_r = \frac{S}{C^{\circ}_x} \cdot 100\%$$

ε - доверительный интервал

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

t_{cm} – коэффициент Стьюдента, для $n = 2$, $t_{cm} = 12,71$

Результаты измерения записать в следующем виде

$C^{\circ}_x \pm \varepsilon$, мг/см³ при доверительной вероятности $P = 0,95$

Данные для оформления лабораторного занятия

	Эталонный раствор	№ исследуемого раствора	
		1	2
Оптическая плотность	0,840	0,634	0,727