

Лабораторна робота №4

Визначення металів у формі комплексних сполук з органічними реагентами.

Варіант 8 — Визначення La(III) із арсеназо III

Ульяницький Олександр

10 червня 2010 р.

Теоретичні відомості

Мета роботи

Фотометричне визначення металів у формі комплексів з арсеназо III.

Розчини

1. Лантану (III) нітрат, 20 мкг/мл (рН 3).
2. Арсеназо III, $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л розчин.
3. Розчин HCl (0,1 моль/л).
4. Буферний розчин з рН = 6,0 (51 мл 0,2 моль/л CH_3COOH і 49 мл 0,2 моль/л $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ на кожні 100 мл буферного розчину).

Посуд

1. Мірні колби ємністю 25,0 мл (10 шт.) та 50,0 мл (1 шт.).
2. Піпетки з поділками ємністю 1,00, 2,00, 5,00 мл та 10,00 мл.
3. Кювети кварцові або скляні з $l = 2,0$ (2 шт.).

Порядок виконання роботи

Для побудови градуювального графіка в мірні колби вносять 0,0, 0,2, 0,4, 0,8, 1,0, 1,2 мл розчину лантану (III) нітрату. Для створення оптимальної кислотності до розчину додають кислоту — 2,5 мл 0,1 н HCl. Додають 2,5 мл $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л арсеназо III розбавляють водою до риски, ретельно перемішують і через 10 хв. вимірюють оптичну густину розчинів при $\lambda = 670$ нм. Розчин порівняння містить усі перелічені компоненти, окрім металу.

Результати вимірювань заносять до табл. 1. Із застосуванням програми Origin (версія 5.0 і вище) будують градуювальний графік в координатах $A_\lambda = f(C_{\text{La}}, \text{мкг/мл})$ — рис. 1. Лінеаризують отриману залежність (з використанням наступних опцій у зазначеній програмі: Analysis: Fit Polynomial: Order=1), отримують рівняння ГГ вигляду:

$$A_\lambda = (a \pm \Delta a) + (b \pm \Delta b) \cdot C_{\text{La}}, \text{ мкг/мл, } (R^2 = \dots), \quad (1)$$

де Δa та Δb — похибки розрахунку вільного члена та тангенса кута нахилу прямої відповідно.

Рівняння прямої градуювального графіку:

$$A_\lambda = (1,78 \cdot 10^{-2} \pm 3,24 \cdot 10^{-3}) + (1,74 \cdot 10^{-1} \pm 5,00 \cdot 10^{-3}) \cdot C_{\text{La}}, \text{ мкг/мл, } (R^2 = 0,998), \quad (2)$$

Табл. 1: Дані для побудови градувального графіку при $\lambda = 670$ нм, $l = 2,0$ см

V , мл	C_{La} , мкг/мл	A
0,2	0,16	0,049
0,4	0,32	0,070
0,8	0,64	0,128
1,0	0,80	0,155
1,2	0,96	0,187

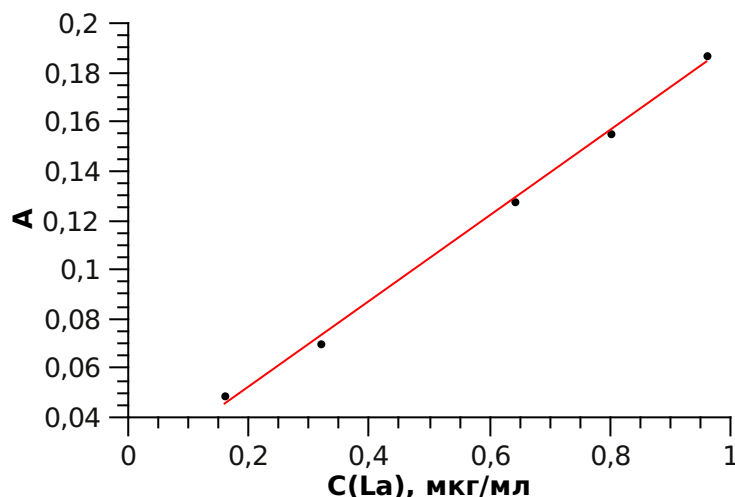


Рис. 1: Градувальний графік для визначення лантану (III)

Визначення лантану (III) у задачі

Задачу отримують в колбі ємністю 50,0 мл, доводять до риски водою та перемішують. Відбирають аликвотні частини розчину (по 10,00 мл) в чотири мірні колби, додають всі реактиви, як при побудові градувального графіка, і через 10 хв. вимірюють оптичну густину розчинів. За рівнянням ГГ розраховують концентрацію феруму в розчинах, які фотометрували (C_i , мкг/мл), перераховують на вміст його в розчині задачі (m_i , мкг) за формулою:

$$m(\text{La}) = \frac{C(\text{La}) \cdot 25 \cdot V_{\text{зад}}}{V_{\text{ал}}}, \quad (3)$$

де $V_{\text{зад}}$ — об'єм розчину задачі, мл (50,0 мл), $V_{\text{ал}}$ — об'єм аликвотної частини (10,00 мл), а результати заносять до табл. 2. Отримані дані обробляють, як зазначено в розділі Статистична обробка результатів

Табл. 2: Дані визначення La(III) у задачі $\lambda = 670$ нм, $l = 2,0$ см

A , мл	C_{La} , мкг/мл	m_{La} , мкг
0,121	0,59	73,75
0,113	0,55	68,75
0,112	0,54	67,50
0,115	0,56	70,00

визначення — табл. 3.

Результати отримують у формі: $m(\text{La})$, мкг = $\bar{m} \pm \Delta m$.

Табл. 3: Статистична обробка даних визначення лантану (III). $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,18$; $\varepsilon = 4,92\%$

x	S_x	S_r	S^2	S	Δx	\bar{x}
$6,750 \cdot 10^1$	1,082	$3,092 \cdot 10^{-2}$	4,688	2,165	3,444	$7,000 \cdot 10^1$
$6,875 \cdot 10^1$						
$7,000 \cdot 10^1$						
$7,375 \cdot 10^1$						

Висновки

Фотометричне визначення з органічними реагентами дозволяє досить точно визначити невеликі кількості металу. В задачі маса Лантану становить:

$$m(\text{La}), \text{ мкг} = 70,0 \pm 3,44$$