

Лабораторна робота №11

Визначення мікрокількостей речовини візуальним тест-методом
Варіант 1. Визначення фосфору у формі відновленої молібденовмісної
гетерополікислоти

Теоретичні відомості:

Візуальне спостереження за зміною забарвлення індикаторної системи (у готовій до застосування мікроформі) під дією визначуваних речовин впродовж десятиліть застосовують для швидкого якісного та напівкількісного аналізу в польових та екстремальних умовах. При проведенні аналізу тест-методом виключені операції приготування та дозування речовин та розчинів (вони входять у дозований формі до складу тест-засобу), а визначення проводить некваліфікований персонал (тест-засіб супроводжує детальна інструкція) за відсутності лабораторного обладнання.

В основу методики покладено вилучення фосфату у формі відновленої молібденовмісної ГПК силікагелем, нековалентно модифікованим аліфатичною четвертинною амонієвою сіллю.

Методика придатна для визначення фосфору при його вмісті на рівні 2,2- 248 мкг/л

В оптимальних умовах визначення фосфору не заважають (мкмоль/л): лужні та лужноземельні метали ($\leq 1 \cdot 10^7$), а також NH_4^+ ($\leq 1 \cdot 10^3$), Co (≤ 1.0), Cu^{2+} (≤ 100), Mn^{2+} (≤ 10), Fe^{3+} (300), NO_3^- та SO_3^{2-} ($\leq 2 \cdot 10^4$), CO_3^{2-} ($\leq 1 \cdot 10^4$), As (≤ 20) (30ГДК), Si ($\leq 1 \cdot 10^3$) (3ГДК)/

Методика придатна для визначення Фосфору у природних водах.

Мета роботи: Ознайомитись з особливостями тест-методів на прикладі визначення фосфату.

Реагенти та розчини:

1. Калію гідрофосфат, $2,50 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Наважку KH_2PO_4 масою 0.4393 г розчиняють у воді в колбі ємністю 500,0 мл. Цей розчин містить 0,20 мг Фосфору в 1мл ($6,50 \cdot 10^{-3}$ моль/л). Робочий розчин готують розбавленням аліквотної частини розчину об'ємом 2,00 мл водою в мірній колбі ємністю 500,0 мл.
2. Молібденовий реактив. Наважку $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ масою 4,7000 г розчиняють в 200,0 мл води в мірній колбі ємністю 500,0 мл, додають 53 мл концентрованої сірчаної кислоти і доводять до мітки. Розчин зберігають у поліетиленовій посуді.
3. Аскорбінова кислота кваліфікації "ч"
4. Розчин змішаного реагенту готують безпосередньо перед використанням. Наважку 0,260 г аскорбінової кислоти переносять в мірну колбу ємністю 50 мл, розчиняють у 16 мл води та додають 34 мл розчину молібденової кислоти. Час зберігання 2 доби.
5. Розчин калію-натрію тартрату, 1 моль/л
6. Сорбент, модифікований $[(\text{C}_{10}\text{H}_{21})_4\text{N}]\text{NO}_3$ (при $n \geq 10$) з $a_{\text{чАС}} = 25$ мкмоль/г.

Прилади:

1. Магнітна мішалка
2. Секундомір

Посуд:

1. Мірні колби ємністю 25 мл (7 шт)
2. Стаканчики ємністю 50 мл
3. Піретки з поділками ємністю 2,0, 5,0 мл та 10 мл

Порядок виконання роботи.

Для отримання візуальної тест-шкали для визначення фосфору у 6 мірних колб ємністю 25 мл вношу по 0,0; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 3,5; 5,5; 8,0 мл $2,5 \cdot 10^{-5}$ М розчину фосфату, додаю 5,00 мл розчину змішаного реагенту та доводжу водою до загального об'єму 20 мл та витримую 5 хв. Після цього додаю 2,50 мл розчину тартрату і доводжу до мітки водою. В шість стаканчиків на 50 мл вношу по 0,125 мл г модифікованого сорбенту. Одержані раніше розчини переношу в стаканчики з сорбентом, та перемішую протягом 5 хв. Розчин частково декантую і використовую сорбенти як кольорову шкалу. Отримані дані заносу до таблиці 1.

Таблиця 1. Дані для отримання кольорової тест-шкали для визначення фосфату.

№	$V(PO_4^{3-}), \text{мл}$	$C(PO_4^{3-}), \text{моль/л}$	$C_p, \text{мкг/л}$
1	0,0	0,0	0,0
3	0,4	$4,0 \cdot 10^{-7}$	12,4
4	1,0	$1,0 \cdot 10^{-6}$	31,0
5	2,0	$2,0 \cdot 10^{-6}$	62,0
6	3,5	$3,5 \cdot 10^{-6}$	108,5
7	5,5	$5,5 \cdot 10^{-6}$	170,5
8	8,0	$8,0 \cdot 10^{-6}$	248,0

Для проведення тестового визначення фосфору у досліджуваному розчині до мірної колби ємністю 25 мл додаю 5,00 мл змішаного реагенту та витримую 5 хв. Після цього додаю 2.50 мл розчину тартрату та доводжу водою до мітки. Розчин переношу до стаканчика на 50 мл, де вже міститься 0,125 г сорбенту. Перемішую протягом 5 хв, частково декантую, та визначаю концентрацію фосфору за кольоровою шкалою. Результати визначення заносу до таблиці 2.

Таблиця 2. Результати тест-визначення фосфору у розчині. $N=21$, $p=0.95$, $t_{0.95}=$

№	Знайдено $P, \text{мкг/л}$	$m_P, \text{мкг}$
1	108,5	2,71
2	108,5	2,71
3	108,5	2,71
4	88	2,20
5	88	2,20
6	93	2,32
7	88	2,20
8	108,5	2,71
9	93	2,32
10	93	2,32
11	108,5	2,71
12	88	2,20
13	108,5	2,71
14	93	2,32
15	93	2,32

Таблиця 3. Статистична обробка даних.

$m_P, \text{МКГ}$	$m_{\text{сер}}$	S^2	S	S_r	Δm	$m_{\text{сер}} \pm \Delta m$
2,71	2,43	0,053	0,23	0,095	0,13	2,43±0,13
2,71						
2,71						
2,20						
2,20						
2,32						
2,20						
2,71						
2,32						
2,32						
2,71						
2,20						
2,71						
2,32						
2,32						

Результати тест- визначення: $m(P), \text{мкг} = 2,43 \pm 0,13 \text{мкг}$

Висновки Ознайомившись з особливостями тест-метода можна виділити переваги такого методу перед іншими:

- Виключення з аналізу операцій приготування наважок реагентів і реактивів. Вже в дозований формі міститься в препараті.
- Виключення операцій виготовлення та стандартизації розчинів та реактивів
- Виключається необхідність залучення лабораторної техніки.
- Не вимагає залучення кваліфікованого персоналу.

Визначений вміст фосфору у задачі становить $2,43 \pm 0,13$ мкг.

Література

Фотометричні та люмінесцентні методи аналізу / Запорожец О.А., - К., 2005. -40 с.