

# Лабораторна робота №14

## Флуориметричне визначення Цирконію морином

Ульяницький Олександр

13 червня 2010 р.

### Теоретичні відомості

Для визначення Цирконію використовують природні барвники, зокрема оксипохідні флавону. З них найбільше застосування знайшов морин (3,5,7,2',4'-пентаоксифлавіон) (рис. 1), що утворює із цирконієм у сильноокислих розчинах комплексну сполуку, яка характеризується яскраво-зеленою флуоресценцією з  $\lambda_{\max} = 520$  нм.

У 2 М розчині HCl максимальна інтенсивність флуоресценції комплексу досягається через 10 - 15 хв. після введення морину в аналізований розчин і не змінюється протягом 1 год. Визначенню цирконію не заважають 100-кратні кількості Cd, As(III), Bi(III), Cr(III), Fe(II,III), Co, Ni, Cu, Mg, Zn, Ag. Заважають визначенню цирконію Al, Ge, Sb, Sc, Th, U. У їх присутності цирконій визначають, вимірюючи інтенсивність флуоресценції досліджуваного розчину до та після додавання трилону Б. В останньому випадку флуоресценція комплексу цирконію з морином зникає, а флуоресценція комплексів заважаючих елементів, які не утворюють у сильноокислих розчинах комплексонатів, зберігається. Такий розчин використовують як "холостий" дослід. У такому випадку градувальний графік будують в координатах  $\Delta I$ , відн.од. =  $f(C)$ , мг/л. Межа виявлення цирконію дорівнює 1,0 мкг/л.

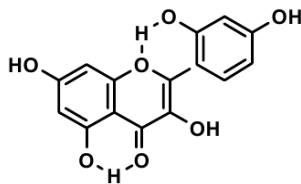


Рис. 1: Структурна формула морину

### Мета роботи

Ознайомитись із можливостями флуоресцентних методів, що базуються на першому правилі Стевенса.

### Розчини

1. Стандартний розчин  $ZrOCl_2$  із вмістом цирконію 1 мкг/мл.
2. Морин, 0,04%-ний розчин в ацетоні.
3. Хлороводнева кислота, 2 моль/л розчин.

### 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 прямокутні скляні з  $l = 1,0$  (2 шт.).

## Обладнання

1. спектрофлуорометр “UNICO LS55”

## Порядок виконання роботи

Для побудови градувального графіка в п'ять мірних колб вводять по 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 й 2,50 мл стандартного розчину Цирконію, по 10,00 мл кислоти, 1,00 мл розчину морину і доводять до мітки хлорводневою кислотою. Інтенсивність флуоресценції отриманих розчинів вимірюють через 15 хв. Результати вимірювань заносять до табл. 1

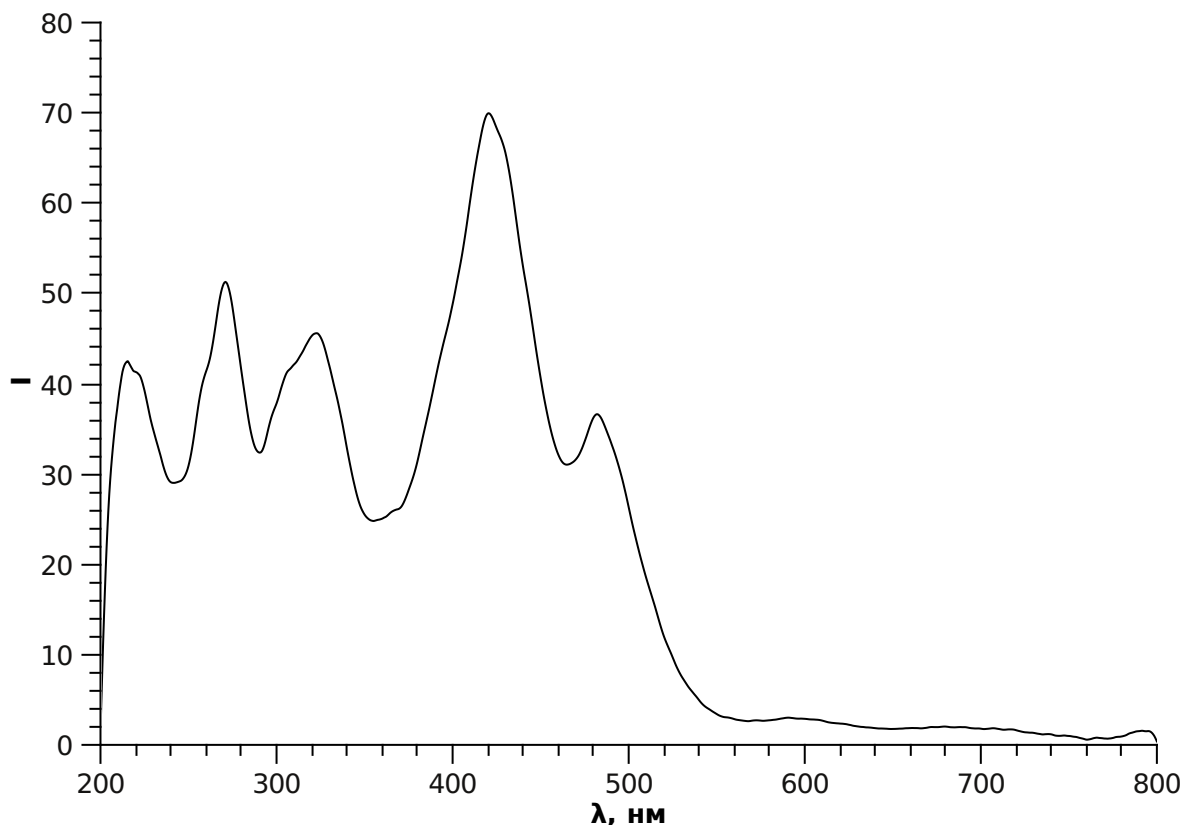


Рис. 2: Спектр збудження морину.

Із застосуванням програми Origin (версія 5.0 і вище) будують градувальний графік в координатах  $I$ , відн. од. — концентрація  $Zr$ , мг/л (рис. 4). Лінеаризують отриману залежність (з використанням наступних опцій у зазначеній програмі: Analysis: Fit Polinomial: Order=1), отримують рівняння ГГ вигляду (1):

$$I = (a \pm \Delta a) + (b \pm \Delta b) \cdot C_{Zr}, \text{ мг/л, } (R^2 = \dots), \quad (1)$$

де  $\Delta a$  та  $\Delta b$  – похибки розрахунку вільного члена та тангенса кута нахилу прямої відповідно.

Табл. 1: Дані для побудування градувального графіка для визначення Цирконію морином.  $\lambda_{\text{збудж.}} = 420$  нм,  $\lambda_{\text{флуор.}} = 510$  нм,  $l = 1,0$  см.

$V$ , мл	$C_{Zr}$ , мкг/мл	$I$
1,0	0,04	127,810
1,5	0,06	198,816
2,0	0,08	233,615
2,5	0,10	316,194
4,0	0,16	507,128
6,0	0,24	755,089

Рівняння градувального графіку для визначення Цирконію морином:

$$I = (-4,405 \cdot 10^{-1} \pm 8,397) + (3,149 \cdot 10^3 \pm 6,353 \cdot 10^1) \cdot C_{Zr}, \text{ мкг/мл, } (R^2 = 0,9984), \quad (2)$$

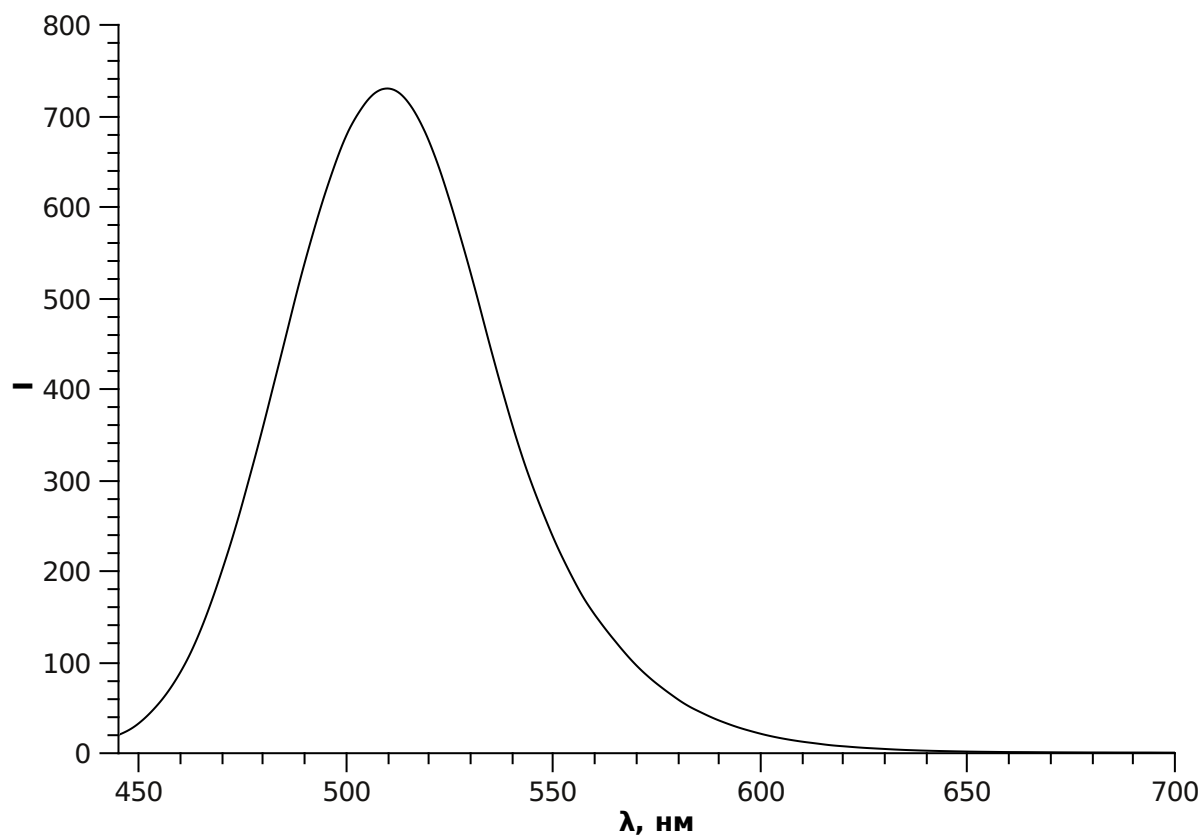


Рис. 3: Спектр флуорисценції морину при  $\lambda_{\text{збудж.}} = 420$  нм.

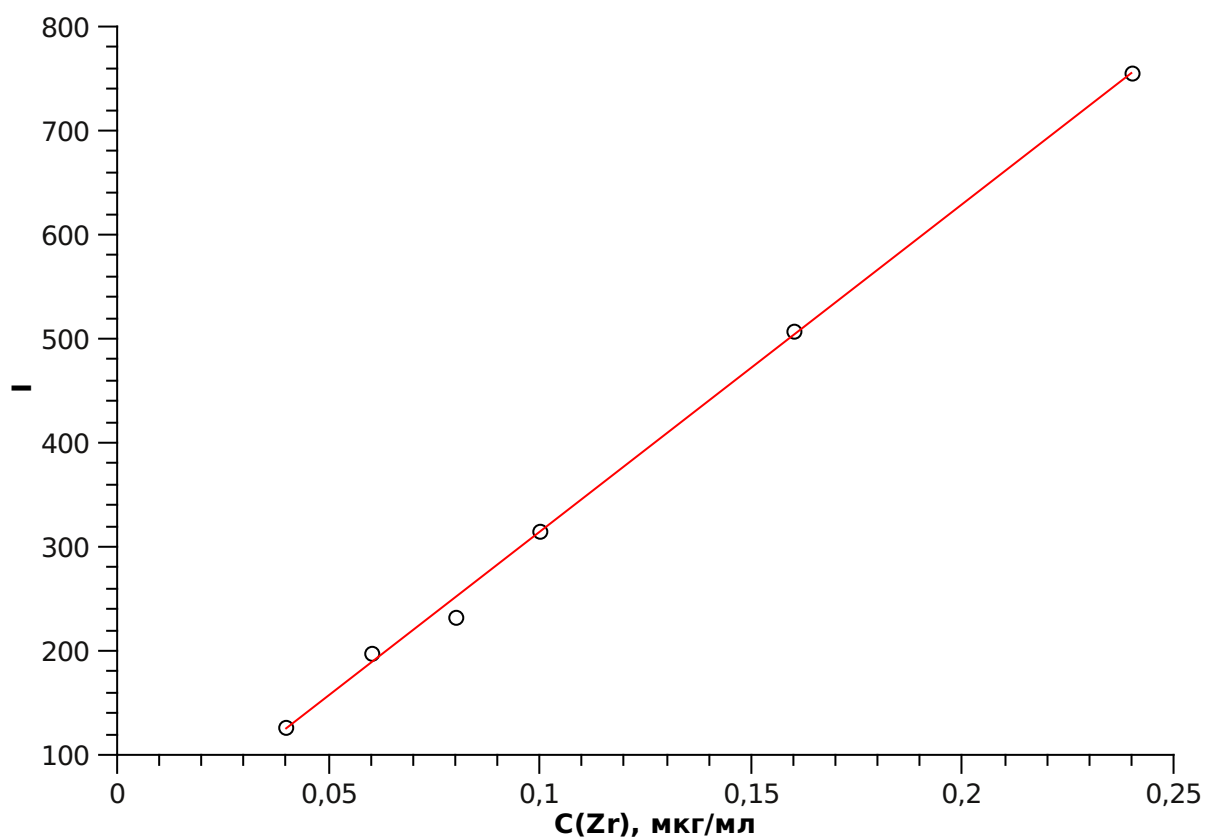


Рис. 4: Градувальний графік для визначення Цирконію морином.  $\lambda_{\text{збудж.}} = 420$  нм,  $\lambda_{\text{флуор.}} = 510$  нм,  $l = 1,0$  см.

## Визначення цирконію в задачі

Задачу отримують в мірній колбі ємністю 25,0 мл. Розбавляють хлороводневою кислотою до риски та ретельно перемішують. Відбирають аліквотні частини розчину (по 5,00 мл) в чотири мірні колби, додають всі реактиви, як при побудові градувального графіка, і через 15 хв. вимірюють інтенсивність флуоресценції розчинів. За рівнянням ГГ розраховують концентрацію цирконію в розчинах ( $C_i$ , мг/л), перераховують на вміст його в розчині задачі ( $m_i$ , мг) за формулою (3):

$$m_i, \text{ мг} = \frac{C_i \cdot 0,025 \cdot V_{\text{зад}}}{V_{\text{ал}}} \quad (3)$$

де  $V_{\text{зад}}$  – об'єм розчину задачі, мл (25,0 мл),  $V_{\text{ал}}$ —об'єм аліквотної частини (5,00 мл), а результати заносю до таблиці 2. Отримані дані обробляють, як зазначено в розділі Статистична обробка результатів

Табл. 2: Результати визначення Силіцію в задачі.  $\lambda = 400$  нм,  $l = 5,0$

$I$	$C_{\text{Zr}}$ , МКГ/МЛ	$m_{\text{Si}}$ , МГ
358,607	0,114	0,0143
351,138	0,112	0,0140

визначення (табл. 3). Результати отримують у формі:  $m(\text{Zr})$ , мг =  $\bar{m} \pm \Delta m$ .

Табл. 3: Статистична обробка результатів визначення Цирконію морином.  $n = 2$ ;  $P = 0,95$ ;  $t_{P=0,95,n=2} = 12,706$ ;  $\varepsilon = 9,52\%$

$m(\text{Zr})$ , МГ	$S_{m(\text{Zr})}$	$S_r$	$S^2$	$S$	$\Delta m(\text{Zr})$ , МГ	$\bar{m}(\text{Zr})$ , МГ
$1,40 \cdot 10^{-2}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,06 \cdot 10^{-2}$	$2,25 \cdot 10^{-8}$	$1,50 \cdot 10^{-04}$	$1,35 \cdot 10^{-3}$	$1,42 \cdot 10^{-2}$
$1,43 \cdot 10^{-2}$						

## Висновки

На лабораторній роботі було визначено Цирконій морином методом люмінесцентної спектроскопії. Маса Цирконію в задачі становить:

$$m_{\text{Zr}} \text{ мг} = 1,42 \cdot 10^{-2} \pm 1,35 \cdot 10^{-3}$$