

Лабораторна робота №6

Визначення аніонів методом знебарвлення.

Варіант 3: Фотометричне визначення флуориду

Ульяницький Олександр

10 червня 2010 р.

Теоретичні відомості

В основу фотометричної методики покладена конкурентна реакція між Fe(III), ксиленоловим оранжевим (КО) та флуоридом у розчині при pH 2–3. За таких умов Fe(III) взаємодіє з КО з утворенням інтенсивно забарвленої комплексної сполуки найпростішої стехіометрії з $\lambda_{max} = 550$ нм та $\varepsilon_{550} = 2,66 \cdot 10^4$ л · моль⁻¹ · см⁻¹. В присутності F⁻ забарвлена комплексна сполука руйнується внаслідок утворення безбарвного флуоридного комплексу Fe(III). Ксиленоловий оранжевий, що при цьому вивільняється з комплексної сполуки, поглинає при $\lambda_{max} = 440$ нм. Внаслідок конкурентної реакції забарвлення розчину змінюється. Для фотометричного визначення флуориду світлопоглинання розчину вимірюють при λ_{max} поглинання комплексу або λ_{max} поглинання реагенту. У першому випадку при збільшенні концентрації F⁻ оптична густина розчину зменшується, а в другому - зростає.

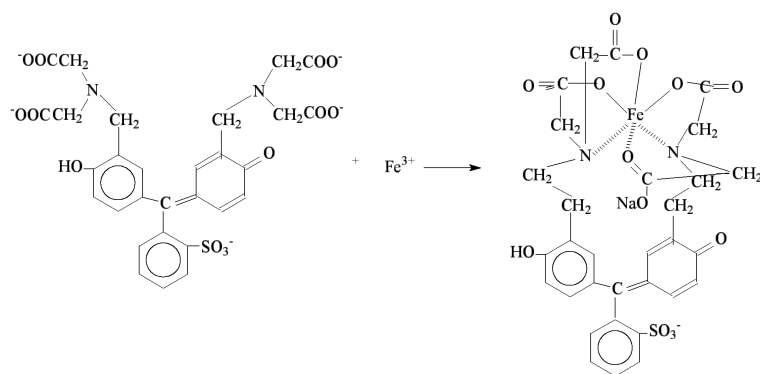


Рис. 1: I стадія. Перехід від яскраво-червоного до синього забарвлення

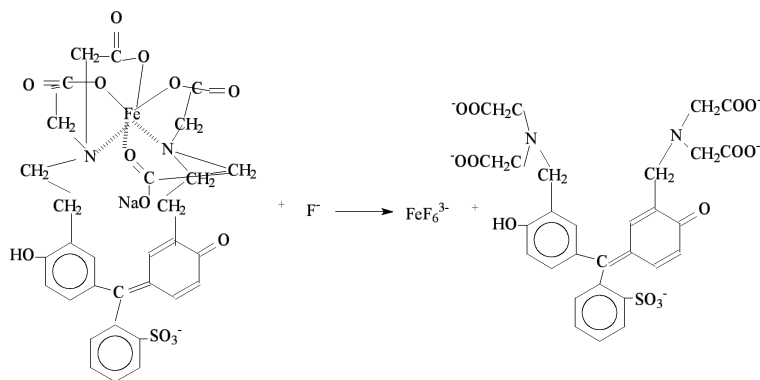


Рис. 2: II стадія. Перехід до синьо-червоного забарвлення

Мета

З використанням системи “Ферум (ІІІ) – ксиленоловий оранжевий” за методом знебарвлення визначити вміст F^- -іонів у розчині.

Реактиви

1. Натрію флуорид, 1 мг/мл F^- . Стандартний розчин NaF (1мг/мл F^-) готують розчиненням 1,1050 г NaF у воді в мірній колбі ємністю 500,0 мл. Робочий розчин готують розбавленням аліквотної частини вихідного розчину об'ємом 1,00 мл водою у мірній колбі ємністю 100,0 мл. Зберігають у поліетиленовому посуді.
2. Сульфат феруму, $2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/л Fe (в 0,05 н H_2SO_4).
3. KO, $2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/л (водний розчин)
4. Сульфатна кислота (0,1 н)

Посуд

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

Прилади

1. Спектрофотометр КФК-2МП

Хід роботи

Для побудови градуовального графіка вношу в мірні колби по: 2,00 мл $2,5 \cdot 10^{-4}$ М розчину $Fe_2(SO_4)_3$ 2,00 мл $2,5 \cdot 10^{-4}$ М розчину ксиленолового оранжевого. 1,50 мл H_2SO_4 10,00 мл води Ретельно перемішую та залишаю на 15 хв. Додаю по 0,00; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 та 3,00 мл 1 мг/мл розчину флуориду Вміст колб доводжу до мітки водою та перемішують. Через 10 хв. вимірюю оптичну густину (A) розчинів на КФК-2МП в максимумі поглинання реагенту при $\lambda = 460$ нм, розчин порівняння – вода. Результати вимірювань заносу до таблиці 1.

Табл. 1: Результати вимірювання оптичної густини розчинів для побудови градуовального графіка для визначення флуориду. $l = 5,0$ см.

V , мл	C_{F^-} , мг/мл	A_{460}
0,0	0,00	0,173
0,5	0,02	0,228
1,0	0,04	0,261
2,0	0,08	0,273
2,0	0,08	0,297
3,0	0,12	0,326
4,0	0,16	0,341

За результатами таблиці 1 будує градуовальний графік в координатах A_λ –концентрація F^- , мг/мл – рис. 3.

Отриману залежність лінеризую та отримую рівняння прямої:

$$A_\lambda = (2,0153 \cdot 10^{-1} \pm 1,2674 \cdot 10^{-2}) + (9,7650 \cdot 10^1 \pm 1,4325 \cdot 10^{-1}) \cdot C_{F^-}(\text{мг/мл}), \quad (R^2 = 0,854),$$

Для визначення флуориду в задачі розчин отриманий в колбі ємністю 25,0 мл, доводжу водою до риски та перемішую. У чотири мірних колби ємністю 25 мл вношу розчин Fe (ІІІ) та KO, як при побудові градуовального графіка. Через 15 хв. додають аліквотні частини розчину (5,00 мл), доводжу водою до мітки та перемішую. Через 10 хв. вимірюю оптичну густину розчинів. За рівнянням градуовального

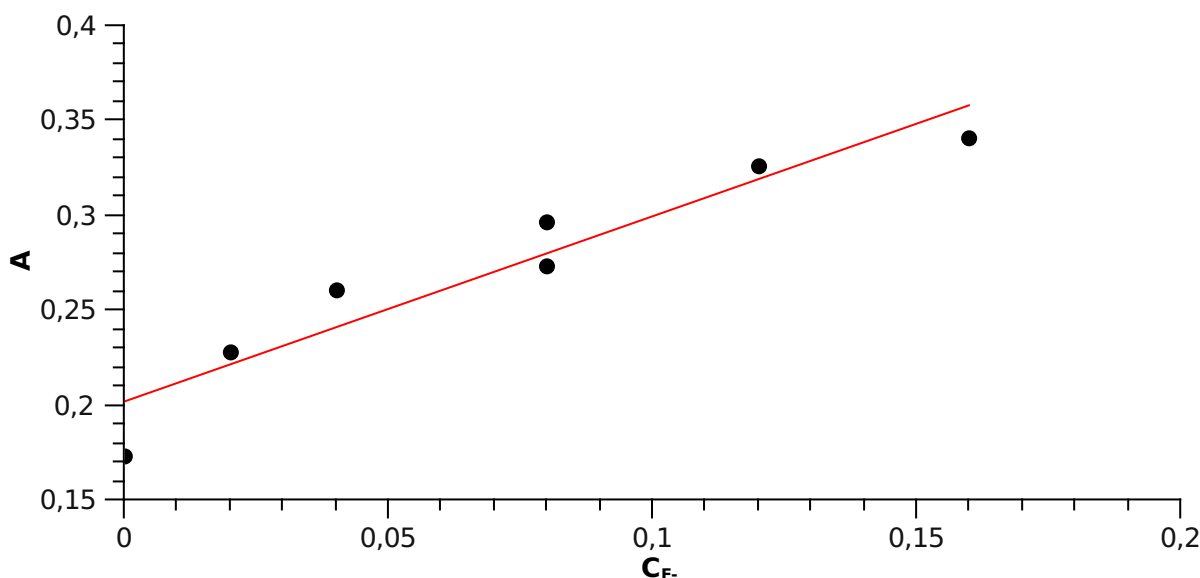


Рис. 3: Градувальний графік для визначення вмісту флуориду. $\lambda = 460$ нм, $V_{\text{заг}} = 25$ мл, $l = 5,0$ см, розчин порівняння—вода

графіка розраховують концентрацію флуориду в розчинах, які фотометрували (C_i , мг/мл), перераховують на вміст його в розчині задачі (m_i , мг) за формулою (1):

$$m_i = \frac{C_i \cdot 25 \cdot V_{\text{зад}}}{V_{\text{ал}}} \quad (1)$$

де $V_{\text{зад}}$ — об'єм розчину задачі, мл (25,0 мл), $V_{\text{ал}}$ — об'єм аликвотної частини (5,00 мл), а результати заносимо до таблиці 2.

Табл. 2: Результати визначення флуориду в задачі. $l = 5,0$

A_{460}	C_{F-}	$m(F^-)$
0,313	0,110	13,75
0,350	0,148	18,50
0,317	0,114	14,25
0,320	0,117	14,63

За Q-критерієм точки 14,63 та 18,50 викидаємо і статистично обробляємо результати — табл. 2. Отриманий

Табл. 3: Статистична обробка результатів. $n = 2$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=2} = 12,706$; $\varepsilon = 16,0\%$

x	S_x	S_r	S^2	S	Δx	\bar{x}
$1,375 \cdot 10^1$ $1,425 \cdot 10^1$	$1,768 \cdot 10^{-1}$	$1,786 \cdot 10^{-2}$	$6,250 \cdot 10^{-2}$	$2,500 \cdot 10^{-1}$	2,246	$1,400 \cdot 10^1$

результат представляємо у вигляді $m(F^-)$, мг = $\bar{m} \pm \Delta m$:

$$m(F^-), \text{ мг} = 14,00 \pm 2,24$$

Висновки

Флуорид, так як більшість аніонів, не має власного поглинання, не утворює інтенсивно забарвлених сполук, але утворює з іонами Fe(III) стійкі безбарвні комплексні сполуки. Тому для фотометричного визначення флуориду застосовують метод знебарвлення, в основі якого покладена конкурентна реакція в системі “Fe(III) — ксиленоловий оранжевий — флуорид-іон”, в результаті якої забарвлений комплекс Fe(III) з КО руйнується флуоридом, з утворенням більш стійкого безбарвного комплексу Fe(III).

Література

[1] Марченко З. “Фотометрическое определение элементов”, М., 1971, 503 с.