

Лабораторна робота №5

Визначення елементів у формі гетерополісполук. Варіант 3: Визначення силіцію у формі молібдосиліцієвої гетерополікислоти

Ульяницький Олександр

13 червня 2010 р.

Теоретичні відомості

Здатність Фосфору (V), Силіцію (IV), Арсену (V) в присутності молібдату амонію в сильно кислому середовищі утворювати забарвлені в жовтий колір гетерополісполуки успішно використовується для фотометричного їх визначення. В присутності відновників середньої сили частина атомів молібдену (VI), що входять до складу утворених гетерополісполук, відновлюється до молібдену (V), що супроводжується появою у спектрі поглинання продукту відновлення інтенсивних смуг в області 650 - 950 нм. Ці смуги пов'язують з міжвалентними та d-d електронними переходами між атомами Mo(V) та Mo(VI). Відновлені гетерополісполуки широко застосовуються для фотометричного визначення центральних атомів, зокрема Фосфору, Силіцію, Арсену тощо, а також деяких відновників. У фотометрії успішно застосовують як окиснені, так і відновлені форми не лише молібденвмісних, а й вольфрамововмісних та ванадієвовмісних, а також змішаних гетерополісполук.

Мета роботи

Фотометричне визначення силіцію у формі “жовтої” ГПК.

Розчини

1. Молібденовий реактив. Наважку $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ масою 9,000 г переносять у конічну колбу ємністю 100 мл, додають 4,00 мл концентрованої H_2SO_4 , 75 мл води, розчиняють при нагріванні, охолоджують. Відфільтрований розчин переносять у мірну колбу ємністю 100,0 мл, доводять водою до риски та ретельно перемішують. Зберігають розчин у поліетиленовому посуді.
2. Натрію силікат, $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль/л.
3. Сульфатна кислота, 4,0 моль/л.
4. Аскорбінова кислота, 2 % -ний розчин. Готують розчиненням 0,250 г аскорбінової кислоти у воді у мірній колбі ємністю 25,0 мл.

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 $l = 5,0$ (2 шт.).

Порядок виконання роботи

Для побудови градувального графіка готують серію розчинів. Для цього в мірні колби вносять по 0,50, 1,00, 1,50, 2,00, 3,00, 4,00 мл силікату, 10,0 мл води додають по 2,50 мл амонію молібдату та воду до риски (табл. 1). Перемішують розчини та залишають на 15 хв. для утворення “жовтої” молібдосиліцієвої ГПК, доводять водою до риски і витримують розчин ще 15 хв. Вимірюють оптичну густину розчинів при робочій довжині хвилі (вказана в табл. 1), в кюветі з $l = 5,0$ см. Розчин порівняння містить всі компоненти, окрім силікату. Результати вимірювань заносять до табл. 1. Будують градувальний графік для визначення силіцію та лінеаризують залежність – рис. 1.

Табл. 1: Дані для побудування градувального графіка для визначення Si у вигляді молібденової ГПК. $\lambda = 400$ нм, $l = 5,0$ см

$V_{\text{силікат}}, \text{мл}$	$C_{\text{Si}}, \text{ммоль/л}$	A_{400}
0,5	0,02	0,059
1,0	0,04	0,131
1,5	0,06	0,194
2,0	0,08	0,256
3,0	0,12	0,359
4,0	0,16	0,453

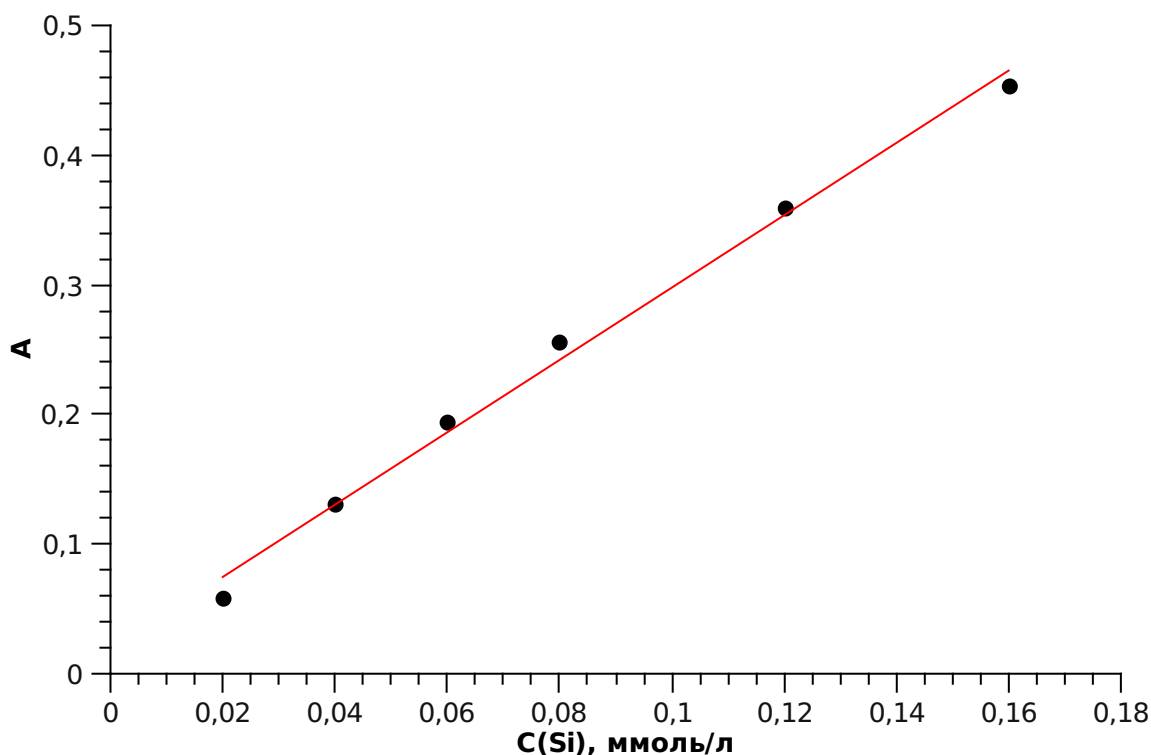


Рис. 1: Градувальний графік для визначення Si у вигляді молібденової ГПК. $\lambda = 400$ нм, $l = 5,0$ см

Рівняння прямої для граювального графіка:

$$A_{400} = (1,88 \cdot 10^{-2} \pm 1,04 \cdot 10^{-2}) + (2,79 \pm 1,12 \cdot 10^{-1}) \cdot C_{\text{Si}}, \text{ ммоль/л}, (R^2 = 0,994), \quad (1)$$

Визначення силіцію в задачі

Задачу отримують в колбі ємністю 50 мл, доводять до риски водою та перемішують. Відбирають аліквотні частини розчину (по 10 мл) в чотири мірні колби ємністю 25,0 мл, додають всі реактиви і вимірюють оптичну густину розчинів, як при побудові градувального графіка. Концентрацію силіцію в розчині, який фотометрують, та вміст його в розчині задачі розраховують, за формулою (2).

$$m_{\text{Si}}, \text{ мг} = \frac{C_{\text{Si}}(\text{ммоль/л}) \cdot 0,025 \cdot V_{\text{зад}}}{V_{\text{ал}}} \cdot A_r(\text{Si})(\text{г/моль}), \quad (2)$$

де $V_{\text{зад}}$ – об’єм розчину задачі, мл (50,0 мл), $V_{\text{ал}}$ —об’єм аліквотної частини (10,00 мл), $A_r(\text{Si})$, г/моль — атомна маса Силіцію (28,0855). Результати заносять до табл. 2. Отримані дані обробляють, як зазначено в розділі Статистична обробка результатів визначення. Результати отримують у формі: $m(\text{Si})$, мг = $\bar{m} \pm \Delta m$.

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

A_{400}	C_{Si} , ммоль/л	m_{Si} , мг
0,459	0,158	0,555
0,453	0,156	0,548
0,487	0,168	0,590
0,453	0,156	0,548

Одне значення — 0,548 мг не задовільняє Q-критерій.

Табл. 3: Статистична обробка результатів визначення Силіцію. $n = 3$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=3} = 4,303$; $\varepsilon = 7,99\%$

$m(\text{Si})$, мг	$S_{m(\text{Si})}$	S_r	S^2	S	$\Delta m(\text{Si})$, мг	$\bar{m}(\text{Si})$, мг
0,548	$1,048 \cdot 10^{-2}$	$3,216 \cdot 10^{-2}$	$3,294 \cdot 10^{-4}$	$1,815 \cdot 10^{-2}$	$4,508 \cdot 10^{-2}$	0,564
0,555						
0,590						

Висновки

На лабораторній роботі було визначено Силіцій у формі “жовтої” гетерополікислоти. Маса Силіцію у задачі становить:

$$m(\text{Si}), \text{ мг} = 0,56 \pm 4,51 \cdot 10^{-2}$$