

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 10.11.2023 03:18:59
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

10.11.2023 2016 г.

**КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Методические указания по выполнению практических работ
для студентов направлений подготовки

18.03.01 Химическая технология, 04.03.01 Химия
и специальностей

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, 30.05.03
Медицинская кибернетика

Курск 2016

УДК 543.432

Составитель: А.В. Лысенко

Рецензент

Доктор химических наук, профессор *Л.М. Миронович*

Колориметрический метод анализа: методические указания по выполнению практических работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.В. Лысенко. Курск, 2016, 15 с.: ил., табл. 3. Библиогр.: 12 с.

Содержат теоретические основы по колориметрическим методам анализа. Излагаются методические рекомендации к практическим работам по дисциплине «Физическая химия». Рассмотрены примеры решения типовых задач. Приведены многовариантные задачи и индивидуальные задания

Предназначены для студентов направлений подготовки 18.03.01 Химическая технология, 04.03.01 Химия и специальностей 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, 30.05.03 Медицинская кибернетика

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *5.02.16* Форма 60x84 1/16.

Усл. печ. л. *08* Уч.-изд. л. *0,7* Тираж 100 экз. Заказ *54* Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

Теоретические основы	4
Примеры решения типовых задач	6
Многовариантные задачи	8
Индивидуальные задания	9
Список использованных источников	12
Приложение А	13
Приложение Б	14
Приложение В	15

Теоретические основы

Методы анализа, основанные на сравнении интенсивности окрасок исследуемого раствора и раствора определенной концентрации (стандартного) называются **колориметрическими (колориметрией)**. Из оптических методов анализа в практике аналитических лабораторий наиболее широко применяются данные методы анализа.

Колориметрический метод анализа был предложен русским учёным В.М. Севергиным еще в 1795 г.

Если пропустить через раствор окрашенного вещества свет с интенсивностью I_0 , то после прохождения через раствор интенсивность уменьшится до I_t . Отношение $I_t/I_0=T$, характеризующее пропускание (поглощение) света и, отнесенное к толщине слоя в 1 см, называется **коэффициентом пропускания**. Эта величина может изменяться от 0 до 1, иногда ее выражают в процентах.

Светопоглощение характеризуют также **оптической плотностью A (или D)**:

$$A=-\lg T \text{ или } A=\lg I_0/I_t, \quad (1)$$

Величина оптической плотности может принимать любые положительные значения от 0 до ∞ ; однако, современные приборы могут регистрировать изменение только от 0 до 2.

Зависимость между оптической плотностью раствора и содержанием в нем окрашенного вещества выражается **законом Бугера-Ламберта-Бера: оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации окрашенного вещества и толщине слоя раствора:**

$$A=\varepsilon \cdot C \cdot l, \quad (2)$$

где l - толщина слоя раствора;

ε - коэффициент поглощения, постоянная величина, зависящая от природы вещества, длины волны и температуры;

C - концентрация раствора.

Если толщина слоя раствора выражена в см, а концентрация в моль/л, то ε называют **молярным коэффициентом светопоглощения**.

Закон Бера справедлив только для **мономатического излучения** (то есть для света с данной длиной волны), для сред с постоянным показателем преломления, а также для таких сред, в которых с изменением концентрации вещества не происходит никаких химических превращений данного вещества.

Молярный коэффициент светопоглощения - мера чувствительности фотометрических методов. Чем больше ε , тем выше чувствительность метода, тем меньшую концентрацию вещества можно определить.

Физический смысл ε : при концентрации $C=1$ моль/л и толщине слоя $l=1$ см $\varepsilon=A$.

Графический смысл ε :

$$\varepsilon = \operatorname{tg} \alpha, \quad (3)$$

где α - угол наклона градуировочного графика зависимости $A=f(C)$.

Молярный коэффициент светопоглощения **зависит от** природы вещества (ауксохромных и хромоформных групп), от природы растворителя, рН среды и длины волны света. Он не зависит от концентрации и толщины поглощающего слоя.

Различают **субъективные** (или визуальные) методы колориметрии и **объективные** (или фотоколориметрические).

Визуальными называются такие методы, при которых оценку интенсивности окраски испытуемого раствора делают невооруженным глазом. К ним **относятся**:

- метод стандартных серий;
- метод дублирования (колориметрическое титрование);
- метод уравнений.

При **объективных методах** колориметрического определения для измерения интенсивности окраски испытуемого раствора вместо непосредственного наблюдения пользуются фотоэлементами. Определение в этом случае проводят в специальных приборах – **фотоколориметрах**, откуда и метод получил название **фотоколориметрического**.

Примеры решения типовых задач

Пример 1. Для работы по методу стандартных серий приготовлен стандартный раствор меди растворением 0,854 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 1,00 л воды. Из него при добавлении аммиака приготовлено 10 окрашенных стандартов, содержащих от 1,00 до 10,00 мл раствора в 20,00 мл воды.

Навеска 0,520 г исследуемого вещества растворена в 250,0 мл воды. После взаимодействия 5,00 мл исследуемого раствора с аммиачным раствором и разбавления до 20 мл интенсивность окраски раствора получилась равной интенсивности окраски восьмого стандарта. Вычислить содержание меди (в %) в исследуемом веществе.

Решение. Согласно условиям задачи интенсивность окраски меди в исследуемом растворе совпадает с интенсивностью окраски восьмого стандарта. Содержание меди в восьмом стандарте (в г) равно

где 63,5 - атомный вес меди; 250 - молекулярный вес $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Так как ошибка за счет самого измерения составляет 2-5%, все расчеты можно вести с точностью до третьей значащей цифры.

По условию задачи $1,74 \cdot 10^{-3}$ г меди соответствует 5 мл исследуемого раствора, а следовательно, во всем растворе содержится меди (в г):

Содержание меди (в %) равно

Пример 2. Для определения хрома в стали приготовили стандартный раствор, содержащий 0,750 г в 250,0 мл воды.

Навеску металла 0,500 г растворили в кислоте и после окисления хрома до хромата раствор разбавили водой до 200,0 мл. Полученный раствор сравнивали со стандартом, причем для уравнивания окрасок 6,80 мл стандартного раствора разбавили водой до 25,00 мл. Вычислить содержание хрома в стали (в %).

Решение. Содержание хрома в растворе сравнения (в г) равно

Так как интенсивность окраски обоих растворов одинакова, то, зная объем раствора сравнения и содержание хрома в нем, можно вычислить содержание хрома в исследуемом растворе (в %):

Пример 3. Для определения марганца приготовлен стандартный 0,0100 н. раствор (по реакции с _____).

Из навески сплава 0,500 г после соответствующей обработки получено 150,0 мл раствора, содержащего марганец в виде _____. Три пробы этого раствора сравнивали в колориметре при _____; интенсивности окрасок были равны при 8,52; 8,50 и 8,46 см. Вычислить содержание марганца в сплаве (в %).

Решение. Среднее арифметическое значение для _____ равно

Отсюда

Содержание марганца (в %):

где 11,0 - эквивалентный вес _____ в _____ по реакции с _____

Многовариантные задачи

1. Для определения методом стандартных серий были приготовлены шкалы стандартов. По приведенным в таблице 1 приложения А данным определить концентрации растворов в указанных единицах.

2. Для колориметрического определения методом дублирования был приготовлен стандартный раствор. При анализе были получены приведенные в таблице 2 приложения Б результаты. Определить концентрации растворов в указанных единицах.

3. При колориметрическом определении методом уравнивания красок были получены данные, приведенные в таблице 3 приложения В. Определить концентрации растворов в указанных единицах.

Правильные ответы на многовариантные задачи

№ варианта	№ задачи		
	1	2	3
1	0,016	10,75	4,4
2	0,128	0,195	1,46
3		112	405
4	0,120	136	5,15
5	0,28	10,7	18,1
6	0,465	0,54	27,8
7	0,75	0,33	
8	0,22	84,7	40

Индивидуальные задания

1. При прохождении света через слой раствора толщиной 1 см интенсивность его ослабляется на 10%.

Чему равна интенсивность света при прохождении через слой этого же раствора толщиной 10%.

2. Для приготовления серии стандартов 25,00 мл 0,0150 н. раствора Cr^{3+} разбавили водой до 500,0 мл и отобрали 0,50, ..., 10,00 мл этого раствора с интервалом 0,50 мл. К ним добавили кислоту и дифенилкарбазид; окрашенные растворы разбавили водой до 25,00 мл.

Навеску стали 0,100 г растворили, разбавили раствор водой до 25,00 мл, отобрали 5 мл и после соответствующей обработки разбавили водой до 25,00 мл. Интенсивность окраски этого раствора оказалась средней между интенсивностью окрасок 11-го и 12-го стандартов.

Определить содержание хрома в стали (в %).

3. Для приготовления серии стандартов из раствора, содержащего 0,648 г Cr^{3+} в 500,0 мл воды, отобрали 0,50, ..., 5,00 мл с интервалом 0,50 мл, добавили α -нафтиламин и гульфаниловую кислоту, окрашенные растворы разбавили водой до 20,00 мл.

Навеску нитрата натрия 0,520 г растворили в 250,0 мл воды, отобрали 5,00 мл и после соответствующей обработки разбавили водой до 20,00 мл. Интенсивность окраски этого раствора оказалась равной интенсивности окраски 8-го стандарта.

Определить содержание Cr^{3+} в нитрате натрия (в %).

4. Для приготовления серии стандартов 15,00 мл 0,0215 н. раствора Cr^{3+} разбавили до 500,0 мл, отобрали 1,00, ..., 10,00 мл этого раствора с интервалом 1 мл и разбавили водой до 25 мл.

Навеску стали 0,500 г растворили в кислоте, окислили персульфатом аммония и разбавили водой до 100,0

мл. Интенсивность окраски этого раствора оказалась средней между интенсивностями окрасок 4-го и 5-го стандартов.

Определить содержание марганца в стали (в %).

5. Навеску 0,455 г соли железа (III) растворили в 100,0 мл воды, отобрали 5,00 мл этого раствора и после обработки раствором аммиака и сульфосалициловой кислотой получили 50,00 мл окрашенного раствора. Для уравнивания окрасок 20,00 мл смеси раствора аммиака с сульфосалициловой кислотой и исследуемого раствора к смеси добавили 12,80 мл раствора, содержащего 2,250 г $K_2Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ в 1,00 л воды, и воды до 50 мл.

Определить содержание железа в соли (в %).

6. Природную воду, содержащую хлориды, разбавили дистиллированной водой в 10 раз. К 15,00 мл этой воды добавили 10,00 мл красителя и 5,00 мл дистиллированной воды. Для уравнивания окрасок 2,50 мл 0,00500 н. раствора хлорида натрия и исследуемого раствора к раствору хлорида натрия добавили 10,00 мл красителя и дистиллированной воды до 30,00 мл.

Определить концентрацию хлорида в природной воде (в мг/л).

7. Для определения содержания железа в природной воде 25,00 мл ее обработали перекисью водорода и персульфатом аммония и после добавления KSCN объем пробы довели дистиллированной водой до 50,00 мл. Стандартный раствор приготовили растворением 0,863 г $NH_2Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ в 100 мл воды. Для уравнивания окрасок исследуемого раствора и 20 мл водного раствора роданида калия к последнему добавили 5,50 мл стандартного раствора и довели объем его дистиллированной водой до 50,00 мл.

Определить содержание железа в исследуемой воде (в мг/л).

8. Навеску стали 0,325 г растворили в кислоте и после окисления хрома персульфатом аммония получили 25,00 мл окрашенного раствора; 10,00 мл этого раствора разбавили водой до 50,00 мл. Стандартный раствор приготовили путем растворения

0,125 г в 250,0 мл воды. Для уравнивания окрасок исследуемого раствора и 25,00 мл дистиллированной воды к воде добавили 12,50 мл стандартного раствора и разбавили водой до мл.

Определить содержание хрома в стали (в %).

9. Навеску металла 0,500 г растворили и после, окисления содержащегося в нем марганца до получили 100,0 мл раствора. В качестве стандартного использовали 0,0100 н. раствор . При сравнении в колориметре интенсивность окрасок стандартного и исследуемого растворов оказалась равной при толщине слоя соответственно 5 и 8,49 см.

Определить содержание марганца в металле (в %).

10. Навеску соли меди 1,500 г растворили в 25,00 мл воды. Из 5,00 мл раствора после соответствующей обработки получили 50,00 мл окрашенного раствора. Стандартный раствор приготовили растворением 100 мг хлорида цинка в 100,0 мл воды. Из 2,50 мл стандартного раствора после соответствующей обработки получили 25,00 мл окрашенного раствора. Интенсивность окрасок стандартного и исследуемого растворов оказалась равной при толщине слоя соответственно 3,00 и 8,25 см.

Определить содержание цинка в соли меди (в %).

Список использованных источников

1. *Алесковский, В.Б.* Физико-химические методы анализа [Текст]: учеб. / В.Б. Алесковский [и др.]; Химия. М., 1964. 298 с.
2. *Бабко, А.К.* Физико-химические методы анализа [Текст]: учеб. / А.К. Бабко [и др.]; Высшая школа. М., 1968. 357 с.
3. *Барковский В.Ф.* Практикум по физико-химическим методам анализа [Текст]: учеб. / В.Ф. Барковский [и др.]; Высшая школа. М., 1968. 458 с.
4. *Краткий справочник физико-химических величин* [Текст]: учеб. изд. 8-е, перераб. / Под ред. А.А. Равделя и А.М. Пономаревой; Химия. Л., 1983. 232 с.
5. *Крешков, А.П.* Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ [Текст]: учеб. изд. 8-е, перераб. / А.П. Крешков; Химия. М., 1971. 456 с.
6. *Ляликов, Ю.С.* Задачник по физико-химическим методам анализа [Текст]: учеб. / Ю.С. Ляликов, М.И. Булатов, В.И. Бодю, С.В. Крачун; Химия. М., 1972. 268 с.
7. *Ляликов, Ю.С.* Физико-химические методы анализа [Текст]: учеб. / Ю.С. Ляликов, М.И. Булатов, В.И. Бодю, С.В. Крачун; Химия. М., 1964. 366 с.

Приложение А

Таблица 1 - Данные для определения концентрации растворов

Вариант	Стандартный раствор	Реакция образования окрашенного соединения	Шкала стандартов					Объем стандартного раствора, мл	Стандарт равной окраски	Определяемое вещество и его концентрация
			Объемы взятых стандартных растворов, мл							
			1	2	3	4	5			
1	0,0100 н. раствор KMnO_4	собственная окраска	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	10	2	KMnO_4 (в мг/мл)
2	0,500 г CuSO_4 в 250мл раствора	с аммиаком	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	50	4	Cu (в мг/мл)
3	раствор с титром 1 мг/мл $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	собственная окраска	10	15	20	250	30	100	между 2 и 3	молярность раствора
4	0,500г FeCl_3 в 100мл раствора	с KSCN	1,0	1,5	2,0	2,5	33,0	25	между 1 и 2	Fe_2O_3 (в мг/мл)
5	0,0250 н. раствор K_2CrO_4	с дифенилкарбазидом	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	25	4	Cr (в%) при навеске 1 г
6	0,0550 н. раствор NH_4OH	с реактивом Несслера	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	25	2	NH_3 (в мг/г), если пропущенно 10 л газа
7	1,50 г Na_2SO_3 в 50 мл раствора	с формальдегидом и фуксином	5,0	10,0	15,0	20,0	25,0	100	5	SO_2 (в мг/л) после пропускания 5л газа
8	0,500 г $(\text{NH}_4)\text{MoO}_4$ в 250 мл раствора	с дитиолом	3,0	6,0	9,0	12,0	15,0	25	1	MoO_3 (в %) в минерале при навеске 2 г

Приложение Б

Таблица 2 - Результаты колориметрического определения концентрации растворов

Вариант	Стандартный раствор	Реакция образования окрашенного соединения	Объемы растворов, мл			Определяемое вещество и его концентрация
			стандартного	исследуемого	Послеуравнивания красок	
1	0,050 г ^в 25 мл раствора	с димстилглиоксимом	8,56	10	25	Ni (в %) в стали при навеске 1,5 г
2	0,05 н. раствор	собственная окраска	0,56	5	10	Mn (в мг/100 мл)
3	0,025 н. раствор	с аммиаком	4,25	2,5	10	(в мг/50мл)
4	0,500 г ^в 25 мл раствора	с нафтиламинсульфоновой кислотой	2,56	25	50	(в мг/л)
5	1 г Fe в 100 мл раствора	с сульфаниловой кислотой	15,2	50	100	(в %) в минерале при навеске 2 г
6	0,250 г в 250 мл раствора	образование хромата после окисления хрома	20,2	15,0	50	Cr (в %) в стали при навеске 1 г
7	0,200 г в 100 мл раствора	образование надтигановой кислоты	6,85	25,0	25	Ti (в мг/мл)
8	0,25 г ^в 250 мл раствора	образование молибденовой сини	22,35	50	50	As (в мг/250 мл)

Приложение В

Таблица 3 - Данные колориметрического определения концентрации растворов методом уравнивания красок

Вариант	Стандартный раствор	Реакция образования окрашенного соединения	Толщина слоя раствора, мм		Определяемое вещество и его концентрация
			Стандартного	Исследуемого	
I	0,500 г в 100 мл раствора	образование молибденовой сини	85,6	48,9	(в мг/мл)
II	Раствор 0,1 г стандартного образца, содержащего 0,86% Cr в 25 мл раствора	образование хромата после окисления хрома	78,4	18,4	Cr в стали растворении 0,25 г ее в 25 мл раствора (в %)
III	0,25 г в 25 мл раствора	с дитизином	36,2	82,0	Pb (в мг/100 мл)
IV	0,750 г в 250 мл раствора	с алюминием	48,3	53,4	в минерале при растворении 2 г его в 100 мл раствора (в %)
V	0,0685 г в 500 мл раствора	с крахмалом	12,8	96,4	(в мг/л)
VI	0,0250 г Bi в 100 мл раствора	с диэтилдикарбаматом	32,8	73,8	Bi (в мг/250 мл)
VII	0,256 г в 0,5 л раствора	с нитрозо-Р-солью	23,4	93,2	молярность раствора
VIII	0,056 г Pb в 100 мл раствора	с фенолфталеином	18,4	63,8	Pb в металле при растворении 0,1 г его в 250 мл раствора (в %)

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

_____ О.Г. Локтионова

« _____ » _____ 2016 г.

**КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

Методические указания
по выполнению практических работ

Курск 2016

УДК 543.432

Составитель: А.В. Лысенко

Рецензент

Доктор химических наук, профессор *Л.М. Миронович*

Колориметрический метод анализа: методические указания по выполнению практических работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.В. Лысенко. Курск, 2016, 15 с.: ил., табл. 3. Библиогр.: 12 с.

Содержат теоретические основы по колориметрическим методам анализа. Излагаются методические рекомендации к практическим работам по дисциплине «Физическая химия». Рассмотрены примеры решения типовых задач. Приведены многовариантные задачи и индивидуальные задания

Предназначены для студентов направлений подготовки 18.03.01 Химическая технология, 04.03.01 Химия и специальностей 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия, 30.05.03 Медицинская кибернетика

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать Форма 60x84 1/16.

Усл. печ. л. Уч.-изд.л. Тираж 100 экз. Заказ. Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.