

**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

«Февраль» 2016 г.

**ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ 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 Фундамен-  
тальная и прикладная химия, 30.05.03 Медицинская кибернетика

Курск 2016

УДК 543.452

Составитель: А.В. Лысенко

Рецензент

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

**Фотометрические методы анализа:** методические указания по выполнению практических работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.В. Лысенко. Курск, 2016, 25 с.: 3 ил., 2 табл. Библиогр.: 22 с.

Содержат теоретические основы по фотометрическим 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. *15* Уч.-изд. л. *14* Тираж 100 экз. Заказ. *53* Бесплатно  
Юго-Западный государственный университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

**Содержание**

Теоретические основы	4
Примеры решения типовых задач	7
Многовариантные задачи	15
Индивидуальные задания	16
Список использованных источников	23
Приложение А	24
Приложение Б	25

## Теоретические основы

Методы анализа, основанные на поглощении электромагнитного излучения анализируемыми веществами, составляют обширную группу абсорбционных **оптических методов**. При поглощении света атомы и молекулы анализируемых веществ переходят в новое возбужденное состояние. В зависимости от вида поглощающих частиц и способа трансформирования поглощенной энергии различают:

1. **Атомно-абсорбционный анализ**, основанный на поглощении световой энергии атомами анализируемых веществ.

2. **Молекулярный абсорбционный анализ**, т.е. анализ поглощения света молекулами анализируемого вещества в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра (спектрофотометрия, фотоколориметрия, ИК-спектроскопия).

3. **Анализ поглощения и рассеяния световой энергии взвешенными частицами анализируемого вещества** (турбидиметрия, нефелометрия).

4. **Люминесцентный (флуориметрический) анализ**, основанный на измерении излучения, возникающего в результате выделения энергии возбужденными молекулами анализируемого вещества.

Все эти методы иногда объединяют в одну группу **спектроскопических или спектрохимических методов анализа**, хотя они и имеют существенные различия.

Фотоколориметрия и спектрофотометрия основаны на взаимодействии излучения с однородными системами, и их обычно объединяют в одну группу **фотометрических методов анализа**.

Любые вещества поглощают электромагнитные колебания с определенной длиной волны. Некоторые вещества поглощают колебания с длинами волн от 400 до 700 нм (видимый свет) - такие вещества являются окрашенными. На измерении светопоглощения окрашенных веществ в видимой области спектра основан фотометрический анализ; это разновидность молекулярно-абсорбционной спектроскопии. Схеме фотометрического анализа показана на рисунке 1.

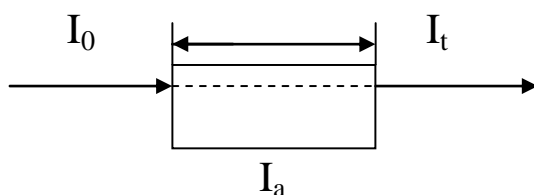


Рисунок 1 - Схема фотометрического анализа

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  $A$ :

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

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

Зависимость между оптической плотностью раствора и содержанием в нем окрашенного вещества выражается **законом светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера**:

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

где  $l$  - толщина слоя раствора;

$\varepsilon$  - 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,  $\varepsilon$  называют **молярным коэффициентом светопоглощения**.

Закон Бера справедлив только для **монохроматического 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  $\varepsilon$ , тем выше чув-

ствительность метода, тем меньшую концентрацию вещества можно определить.

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

**Графический смысл  $\varepsilon$ :**

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

где  $\alpha$  - 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.

Графическая зависимость между оптической плотностью раствора и длиной волны поглощаемого света называется спектром поглощения. По спектру поглощения выбирают рабочую длину волны для измерения светопоглощения, это обычно длина волны максимального светопоглощения  $\lambda_{\max}$ .

В фотометрическом анализе используют прямые и косвенные методы. **К косвенным** методам относится метод титрования.

**В прямых методах** используется зависимость аналитического сигнала от природы анализируемого вещества и его концентрации. Эти методы основаны на использовании стандартных образцов и стандартных растворов. Наибольшее распространение получили:

- метод градуировочного графика;
- метод добавок;
- метод дифференциальной фотометрии;
- метод молярного коэффициента поглощения.

Все фотоколориметрические методы анализа основаны на одном общем принципе. Световой поток проходит через кювету (или пробирку), наполненную окрашенным раствором. Прошедший через раствор световой поток воспринимается фотоэлементом, в котором световая энергия превращается в электрическую. Возникающий при этом электрический ток измеряют при помощи чувствительного гальванометра. Как показал А.Г. Столетов: **сила электрического тока, возникающего при действии световой энер-**

гии на фотоэлементе, прямо пропорциональна интенсивности освещения.

Для определения этим методом концентрации исследуемого вещества измеряют оптическую плотность испытуемого раствора ( $A_{\text{исп}}$ ) и эталонного раствора, концентрация которого известна ( $A_{\text{этал}}$ ). Расчёт проводят по формуле

$$C_{\text{исп}} = \frac{A_{\text{исп}}}{A_{\text{этал}}} \cdot C_{\text{этал}} \quad (4)$$

Основными преимуществами фотоколориметрических методов измерения интенсивности является быстрота и легкость определений при высокой точности

### Примеры решения типовых задач

**Пример 1.** При фотометрическом определении титана с хромотроповой кислотой в растворе, содержащем 0,45 мкг титана в 1 мл, в кювете с толщиной слоя 5 см было получено отклонение по шкале гальванометра 90 мка. Для падающего светового потока отклонение по шкале гальванометра было 155 мка.

Определить молярный коэффициент поглощения окрашенного соединения, в котором на атом титана приходится молекула хромотроповой кислоты.

**Решение.** Для решения используем уравнение Бугера - Ламберта - Бера

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \cdot l \cdot c} \text{ или } \lg I_0 - \lg I = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

Рассчитываем концентрацию титана (в моль/л):

$$c = \frac{0,45 \cdot 10^{-6} \cdot 10^3}{47,9} = 0,94 \cdot 10^{-5}$$

где 47,9 – молярная масса титана.

Из приведенного выше уравнения получаем:

$$\varepsilon = \frac{\lg I_0 - \lg I}{l \cdot c} = \frac{\lg 155 - \lg 90}{5 \cdot 0,94 \cdot 10^{-5}} = \frac{2,19 - 1,95}{4,7 \cdot 10^{-5}} = \frac{0,24}{4,7 \cdot 10^{-5}}$$

$$\varepsilon = 5 \cdot 10^3$$

**Ответ:** молярный коэффициент поглощения окрашенного соединения, в котором на атом титана приходится молекула хромотроповой кислоты, равен  $5 \cdot 10^3$ .

**Пример 2.** Молярный коэффициент поглощения комплекса бериллия с ацетилацетоном в хлороформе для волны 295 нм равен 31600.

Какое минимальное содержание бериллия (в %) можно определить в навеске 1 г, растворенной в 50 мл, в кювете с толщиной слоя 5 см, принимая минимальный отсчет по шкале оптической плотности фотоколориметра 0,025? В окрашенном соединении на атом бериллия приходится молекула ацетилацетона.

**Решение.** Применяя закон Бугера-Ламберта-Бера, получаем:

$$\lg \frac{I_0}{I} = D = 0,025 = 31600 \cdot 5 \cdot c$$
$$c = \frac{0,025}{31600 \cdot 5} = 1,58 \cdot 10^{-7} \text{ моль/л}$$

Рассчитываем содержание бериллия (в г/50 мл):

$$\frac{1,58 \cdot 10^{-7} \cdot 9,01 \cdot 50}{1000} = 7,15 \cdot 10^{-8}$$

где 9,01 - молярная масса бериллия.

Отсюда, содержание бериллия (в %) равно

$$\frac{7,15 \cdot 10^{-8} \cdot 10^2}{1} = 7,15 \cdot 10^{-6} \%$$

**Ответ:** минимальное содержание бериллия составляет  $7,15 \cdot 10^{-6} \%$ .

**Пример 3.** На однолучевом фотоколориметре для падающего светового потока отсчет по шкале гальванометра был 100 делений. Для стандартного 0,00500 М раствора комплекса меди с избытком аммиака отсчет по шкале гальванометра был 85,8 делений.

Определить концентрацию меди (в мкг/мл) в растворе, если для него отсчет по шкале гальванометра равен 93,5 деления. Оценить точность определения, если точность отсчета по шкале гальванометра 0,5 деления



**Решение.** Составляем два уравнения по закону Бугера-Ламберта-Бера:

для стандартного раствора

$$\varepsilon \cdot l \cdot 0,00500 = \lg 100 - \lg 85,8 = 2 - 1,933 = 0,067$$

для исследуемого раствора

$$\varepsilon \cdot l \cdot c_x = \lg 100 - \lg 93,5 = 2 - 1,971 = 0,029$$

Разделив эти уравнения одно на другое, получаем:

$$\frac{0,067}{0,029} = \frac{0,00500}{c_x}$$

$$c_x = \frac{0,00500 \cdot 0,029}{0,067} = 0,00217 \text{ моль/л}$$

Рассчитываем концентрацию меди (вмкг/мл):

$$\frac{0,00217 \cdot 63,5 \cdot 10^6}{10^3} = 137 \text{ мкг/мл}$$

где 63,5 – молярная масса меди.

Рассчитываем возможную ошибку методом границ. Минимальное значение концентрации соответствует минимальному возможному значению отсчета для стандартного раствора и максимальному возможному отсчету для исследуемого раствора; для максимального значения - наоборот. Следовательно, получаем серию расчетов:

для минимального значения

$$\frac{\lg 100 - \lg 83}{\lg 100 - \lg 94} = \frac{2 - 1,930}{2 - 1,974} = \frac{0,070}{0,026} = \frac{0,00500}{c_{\min}}$$

$$c_{\min} = \frac{0,00500 \cdot 0,032 \cdot 63,5 \cdot 10^6}{0,070 \cdot 10^3} = 118 \text{ мкг/мл}$$

для максимального значения

$$\frac{\lg 100 - \lg 86}{\lg 100 - \lg 93} = \frac{2 - 1,935}{2 - 1,968} = \frac{0,065}{0,032} = \frac{0,00500}{c_{\max}}$$

$$c_{\max} = \frac{0,00500 \cdot 0,032 \cdot 63,5 \cdot 10^6}{0,065 \cdot 10^3} = 156 \text{ мкг/мл}$$

$$\frac{c_{\min} + c_{\max}}{2} = \frac{118 + 156}{2} = 137 \text{ мкг/мл}$$

**Ответ:** концентрация меди в растворе, для которого отсчет по шкале гальванометра равен 93,5 деления составляет 137 мкг/мл.

**Пример 4.** При фотометрическом определении железа в воде по реакции с сульфосалициловой кислотой для стандартных растворов были получены следующие данные:

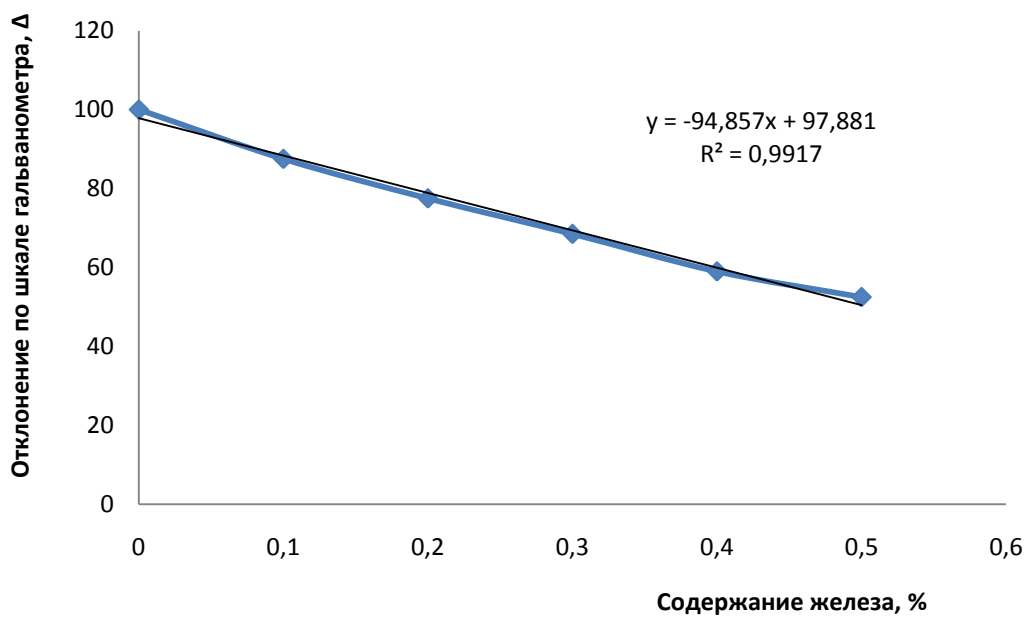
Содержание железа, %	0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50
Отклонение по шкале гальванометра $\Delta$	100	87,5	77,5	68,5	59,0	52,5

Построить калибровочные графики в системах координат  $\Delta$ - $c$  и  $D$ - $c$ . Вывести уравнение для второго графика и определить содержание железа по графикам и расчетным путем, если отсчет по шкале гальванометра равен 71,5. По графику  $D$ - $c$  оценить точность определения, если точность отсчета по шкале гальванометра 0,5 деления.

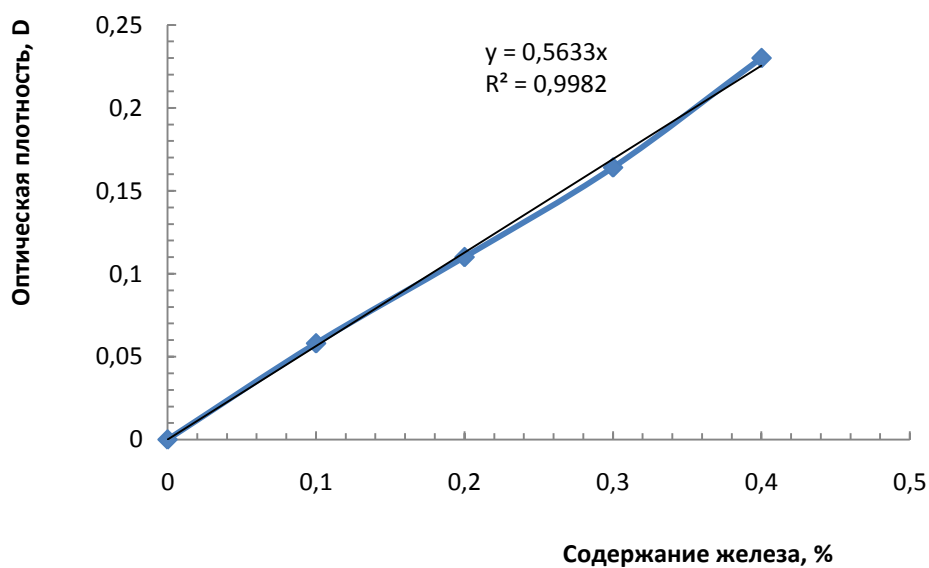
**Решение.** По приведенным данным рассчитываем оптические плотности:

Содержание железа, %	0	0,100	0,200	0,300	0,400	0,500
Отклонение по шкале гальванометра, $\Delta$	100,0	87,5	77,5	68,5	59,0	52,5
Логарифм отклонения, $\lg\Delta$	2,0	1,942	1,890	1,836	1,770	
Оптическая плотность, $D$	-	0,058	0,110	0,164	0,230	0,280

По этим данным строим калибровочные графики (см. рисунок 2). По графику  $\Delta$ - $c$  (рисунок 2, а) находим значение неизвестной концентрации, соответствующее показанию шкалы 71,5. Эта концентрация равна 0,270. По тем же данным строим график в системе координат  $D$ - $c$  (рисунок 2, б).



а)



б)

Рисунок 2 – Рисунок к примеру 4

Методом избранных точек вычисляем уравнение полученной кривой. В качестве избранной точки выбираем конечную точку,

для которой отсчет при  $c=0,5\%$  равен 0,281. Отсюда коэффициент в уравнении зависимости  $D-c$  будет

$$k = \frac{0,281}{0,5} = 0,562$$

Уравнения искомой зависимости имеют вид

$$D=0,562 \cdot c;$$

$$c = 1,78 \cdot D$$

где  $c$ - содержание железа, %.

Проверяя выведенное уравнение, получаем:

Оптическая плотность, D	0,058	0,110	0,164	0,230	0,280
$C_{\text{найд}}$	0,100	0,200	0,300	0,400	0,500
$C_{\text{выч}}$	0,103	0,196	0,292	0,405	0,498
$\Delta C$	+0,003	-0,004	-0,008	+0,005	-
					0,002
$\Delta C \cdot 10^6$	9	16	64	25	4

Полученная средняя квадратичная ошибка лежит в пределах точности отсчета, и, следовательно, найденное уравнение удовлетворительно отражает соотношение между оптической плотностью и концентрацией.

Вычисляем  $D$  для  $\Delta=71,5$ ;

$$D=\lg 100-\lg 71,5=2-1,854=0,146.$$

Для этого значения  $D$  по графику находим значение концентрации  $c_x=0,258$ .

По приведенному выше расчетному уравнению

$$c-1,78D=1,78-0,146 = 0,260\%.$$

По уравнению и графику  $D-c$  оцениваем точность отсчета при данных концентрациях. Учитывая, что точность отсчета равна 0,5 деления, получаем предельные значения отсчетов по шкале гальванометра: минимальный - 71 и максимальный - 72.

Соответственно  $D_{\text{мин}}=0,142$  и  $D_{\text{макс}}=0,148$ . Для этих значений по графику находим:  $c_{\text{мин}}=0,252$  и  $c_{\text{макс}}=0,262$ . Следовательно, положительная и отрицательная ошибки определения различны:

$$+0,004$$

$$c=0,258$$

$$-0,006$$

Из уравнения получаем:

$$c_{\text{мин}} = 1,78 \cdot 0,142 = 0,252$$

$$c_{\text{макс}} = 1,78 \cdot 0,148 = 0,263$$

Значения достаточно близкие.

**Примечание.** При решении задач на определение состава комплекса, констант диссоциации и констант комплексообразования рекомендуем познакомиться с теорией методов по книге Булатова М.И., Калинкина И.П., Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа, Изд. «Химия», 1968.

**Пример 5.** Определить состав комплекса никеля с ксиленоловым оранжевым по следующим величинам оптических плотностей, полученных добавлением

концентрацией к равным с постоянной концентрацией  $1 \cdot 10^{-5}$  г-ион/л:

Концентрация реагента, $c \cdot 10^5$ моль/л	0,12	0,16	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,48	1,80
Оптическая плотность	0,040	0,050	0,065	0,130	0,200	0,270	0,315	0,360	0,365	0,370

**Решение.** По приведенным данным строим график зависимости оптической плотности от концентрации ксиленолового оранжевого (см. рисунок 3). Отбрасывая точку, близкую к точке излома прямых (для  $c = 1,0 \cdot 10^{-5}$ ), получаем пересечение прямых D при концентрации ксиленолового оранжевого  $1,105 \cdot 10^{-5}$ . Следовательно, состав комплекса будет  $[\text{Ni}]:[\text{R}] = 1:1$ .

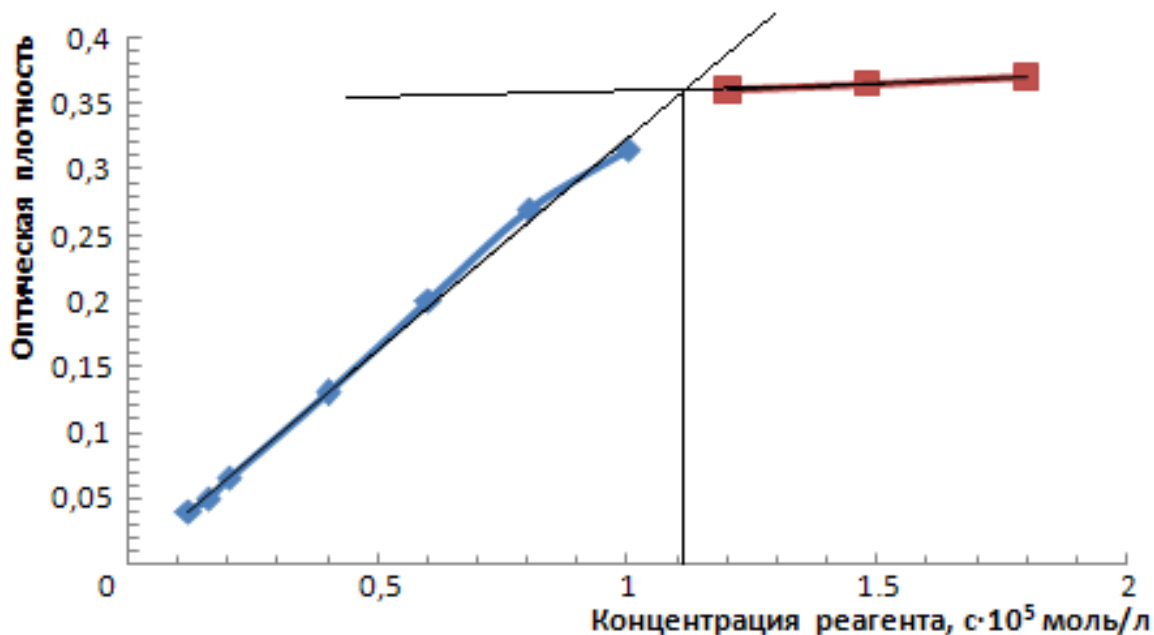


Рисунок 3 - Рисунок к примеру 5

**Пример 6.** Рассчитать константу диссоциации реактива HR, если при  $\text{pH}=7,33$  оптическая плотность  $D_{\text{CM}}$  равна 0,442. В кислой среде при  $\text{pH}<2$  оптическая плотность  $D_{\text{CM}}$  равна 0,017, в щелочной среде при  $\text{pH}>11$  оптическая плотность  $D_{\text{R}}$  равна 0,705.

**Решение.** Воспользуемся уравнением

$$K_{\text{HR}} = \frac{D_{\text{CM}} - D_{\text{HR}}}{D_{\text{R}} - D_{\text{CM}}} [\text{H}^+]$$

Подставляя приведенные величины, находим:

$$\begin{aligned} \text{pH}=7,33 \quad [\text{H}^+] &= 10^{-7,33} = 4,67 \cdot 10^{-8} \\ K_{\text{HR}} &= \frac{0,442 - 0,017}{0,705 - 0,442} \cdot 4,67 \cdot 10^{-8} = 7,35 \cdot 10^{-8} \end{aligned}$$

**Пример 7.** Рассчитать чувствительность определения (определяемый минимум) меди по реакции с диэтилдитиокарбаматом (состав комплекса  $\text{CuR}_n$ , где  $n=1$ )  $\lambda=436$  нм, толщине поглощающего слоя  $l=5$  см и минимальном объеме окрашенного раствора  $V=25$  мл. Молярный коэффициент поглощения окрашенного соединения  $\epsilon_{436}=12,8 \cdot 10^3$ . Минимальная величина оптической плотности, измеряемая прибором, равна 0,005.

**Решение.** Воспользуемся уравнением

$$m = \frac{D_{\text{мин}} S n A \cdot 10^3}{\varepsilon_{436}} = \frac{D_{\text{мин}} V n A \cdot 10^3}{\varepsilon_{436}} = 0,125 \text{ мкг}$$

### **Многовариантные задачи**

1. Воспользовавшись уравнением Бугера-Ламберта-Бера, определить параметр, обозначенный  $x$ , в указанных единицах, используя условия из таблицы 1 приложения А.

2. По данным, приведенным в таблице 1 приложения Б, определить концентрацию раствора в указанных единицах.

## Индивидуальные задания

1. Для построения калибровочного графика при определении меди в растворе на однолучевом фотометре были получены следующие данные:

Содержание меди, мг/л	0	0,1	0,2	0,5	0,75	1,0
Показания гальванометра	80	67,5	57,0	34,5	28,5	15,0

Построить калибровочный график в системах координат оптическая плотность - концентрация меди и отклонение гальванометра - концентрация меди и определить содержание меди в исследуемом растворе, если отклонение гальванометра составляет 45,5 деления.

2. Для определения фосфора в стали по синей окраске восстановленного фосфорномолибденового комплекса на фотометре были получены следующие данные для стандартных образцов стали СО:

Содержание фосфора в стали, %	0,011	0,024	0,031	0,040	0,055
Показания фотометра	48	29	19	12	5

Определить содержание фосфора в исследуемом образце (в %), если показание по шкале диафрагмы составляет 24 деления.

3. Для определения железа в промышленной воде из 100 мл воды после упаривания и обработки о-фенантралином было получено 25 мл окрашенного раствора. Оптическая плотность этого раствора при толщине слоя 1 см оказалась равной 0,460.

Определить содержание железа в промышленной воде (в мг/л), если молярный коэффициент поглощения этого окрашенного соединения равен 1100.

4. Для определения молибдена в стали из стандартного раствора, содержащего 0,1124 г  $\text{H}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в 100 мл раствора, были отобраны указанные ниже объемы и после обработки фенилгидразином и разбавления водой до 100 мл получены следующие значения оптической плотности растворов:

Отобранные объемы, мл	2	4	6	8	10
Оптическая плотность	0,05	0,11	0,16	0,21	0,25



Навеску стали 1,2 г растворили в кислоте и разбавили раствор водой до 50 мл. Из 5 мл этого раствора после соответствующей обработки было получено 100мл окрашенного раствора. Оптическая плотность его оказалась равной 0,12.

Определить содержание молибдена в стали (в %).

5. Для определения меди в цветном сплаве из навески 0,325 г после растворения и обработки аммиаком было получено 250 мл окрашенного раствора, оптическая плотность которого в кювете с толщиной слоя 2 см была 0,254.

Определить содержание меди в сплаве (в %), если молярный коэффициент поглощения аммиаката меди равен 423.

6. Вычислить молярный коэффициент поглощения меди, если оптическая плотность раствора, содержащего 0,24 мг меди в 250 мл, при толщине слоя кюветы 2 см равна 0,14.

7. Навеску 1 г металла, содержащего олово, растворили в кислоте и разбавили раствор водой до 100 мл. Из полученного раствора отобрали пять проб по 10,0 мл, из них после обработки ди-тиолом получили по 25 мл окрашенных растворов, оптическая плотность которых была 0,32; 0,35; 0,30; 0,31; 0,33.

Для приготовления стандартного раствора 1 г металла, содержащего 4,56% олова, растворили и обработали в тех же условиях. Оптическая плотность полученных растворов была 0,20; 0,23; 0,23; 0,21; 0,24.

Определить содержание олова в металле (в %) и ошибку определения.

8. Для построения калибровочного графика при определении ванадия были взяты стандартные образцы стали СО, содержащие следующие количества ванадия: I - 0,15; II- 0,33; III - 0,58; IV - 0,72%.

Навески стали СО по 0,5 г растворили и после обработки перекисью водорода получили по 50 мл окрашенных растворов. При фотометрировании этих растворов (I-IV) на однолучевом фотоко-

лориметре были получены следующие отклонения по шкале гальванометра: фон-100; I - 79; II - 61; III - 41,5; IV -34,5.

Определить содержание ванадия в исследуемом образце (в %), если для него в тех же условиях отклонение по шкале гальванометра составляло 52,5 деления.

9. Для приготовления раствора сравнения 0,258 г нитрата свинца растворили в 250 мл воды. После обработки 5 мл раствора дитизоном было получено 50 мл окрашенного раствора. Окрашенное соединение экстрагировали 10 мл хлороформа, и оптическая плотность хлороформного слоя оказалась 0,35.

Навеску исследуемого сплава 1 г растворили в кислоте и разбавили раствор водой до 100 мл. После обработки 10 мл этого раствора дитизоном было получено 25 мл окрашенного раствора. Окрашенное соединение экстрагировали 10 мл хлороформа и оптическая плотность хлороформного слоя в той же кювете оказалась 0,14.

Определить содержание свинца в сплаве (в %).

10. Для построения калибровочного графика при определении марганца отобрали 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 и 15,0 мл 0,0125 н. раствора  $\text{KMnO}_4$  и разбавили водой до 100 мл. Отклонение по шкале гальванометра на однолучевом фотоколориметре для фона составило 80 делений, а -для указанных растворов 72,5; 64,5; 59,0; 62,5; 47,0 и 42,5 деления.

Навеску стали 0,5 г растворили и после окисления марганца разбавили раствор водой до 50 мл. Отклонение по шкале гальванометра для полученного окрашенного раствора при тех же условиях составило 55,5 деления.

Определить содержание марганца в стали (в /<sub>0</sub>).

11. Отклонение гальванометра однолучевого фотоколориметра при исследовании раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  составляет 75 делений шкалы. После добавления в кювету 1 мл стандартного 0,015 н. раствора бихромата калия при постоянной толщине слоя отклонение составило 65 делений шкалы.

Определить концентрацию исследуемого раствора (в мг/мл), если отклонение по шкале гальванометра для фона равно 100 делениям.

12. При фотометрическом титровании на однолучевом фотоколориметре 10 мл раствора  $\text{KMnO}_4$  раствором  $\text{NaNO}_2$ , титр которого равен 0,0015 г/мл, получены следующие данные:

Объем раствора $\text{NaNO}_2$ , мл	0	0,5	1,0	1,25	1,5	1,75	2,0
Показания гальванометра	50	59,0	66,5	75,0	77,5	77,0	78,0

Отклонение для фона составило 80 делений шкалы.

Определить нормальность исследуемого раствора.

13. Для определения примеси алюминия в силикате магния навеску силиката магния 0,2 г сплавили с содой и после обработки кислотой довели объем раствора водой до 200 мл. Для приготовления колориметрируемого раствора аликвотную часть 20 мл после добавления алюминона довели до 50 мл. Оптические плотности этого раствора и раствора с добавкой 5 мл  $5 \cdot 10^{-4}$  М раствора  $\text{AlCl}_3$ , измеренные относительно дистиллированной воды в кювете с толщиной слоя 2 см, были соответственно равны 0,25 и 0,55.

14. Рассчитать содержание алюминия (в %) в безводном силикате магния, если известно, что силикат содержит 5% воды.

Для построения калибровочного графика при определении никеля на однолучевом фотоколориметре растворили 550 мг сульфата никеля, содержащего 15,5% кристаллизационной и гигроскопической воды, в 250 мл воды. Указанные ниже объемы этого раствора после добавления диметилглиоксима и других реактивов были доведены водой до 25 мл и трижды фотометрированы. При этом были получены следующие результаты:

Объем раствора, мл	0	2,5	5	7,5	10	12,5	15
Показания гальванометра							
1	100	89	80	71,5	63	56,5	49,5
2	98	90	78	70	63	55,5	50
3	100	89	79,5	72	64	56	49

Построить калибровочный график и вывести уравнение прямой.

Навеску анализируемого металла 0,75 г растворили в 25 мл кислоты; 5 мл полученного раствора после обработки реактивами разбавили водой до 50 мл. Отклонения гальванометра для полученного раствора были 65; 66,5; 66; 65; 65 делений шкалы.

Определить содержание никеля в металле (в %) и ошибку определения.

15. Для определения железа в сточных водах навеску 0,0586 г чистой окиси железа, содержащей 2,5% гигроскопической воды, растворили в кислоте и объем раствора довели до 250 мл. Для построения калибровочного графика к указанным ниже объемам полученного раствора добавили раствор роданида аммония, разбавили растворы водой до 100 мл и колориметрировали на фотоколориметре с диафрагмой. Были получены следующие показания по шкале диафрагмы:

Объем раствора, мл	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
Показания фотоколориметра	17	31	42	51	58	64

Упарили 2,5 л сточной воды до 50 мл и 15 мл этого раствора после добавления раствора роданида аммония довели водой до 25 мл. Для полученного окрашенного раствора показание по шкале диафрагмы составило 25 делений.

Определить содержание железа в сточной воде (в  $\text{г/м}^3$ ).

16. Для построения калибровочного графика при определении фосфора в виде фосформолибденового комплекса приготовили раствор, растворяя 0,25 г  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  в 100 мл воды. Указанные ниже объемы этого раствора после соответствующей обработки разбавили водой до 25 мл. При фотометрировании их были получены следующие результаты:

Объем стандартного раствора, мл	0,1	0,25	0,50	1,0	1,5
Оптическая плотность	0,06	0,10	0,13	0,22	0,31

Навеску полупроводникового металла 0,50 г растворили и после обработки получили 100 мл слабо окрашенного раствора. Его окраску усилили, добавив 2 мл указанного выше стандартного раствора; при этом оптическая плотность оказалась равной 0,16.

Определить содержание фосфора в пробе (в %).

17. Навеску стали 0,0532 г растворили в кислоте, обработали диэтилдитиокарбаматом и довели объем раствора до 100 мл. Раствор фотометрировали при 328 и 368 нм в кювете с толщиной слоя 2 см. При этом были получены следующие результаты: при  $\lambda=328$  нм  $D=0,67$ ; при  $\lambda=368$  нм  $D=0,45$ .

Определить содержание никеля и кобальта в стали (в %), если при 328 нм  $\epsilon_{Ni}=35210$ ,  $\epsilon_{Co}=3910$ , а при 367 нм  $\epsilon_{Ni}=21820$ ,  $\epsilon_{Co}=14340$ .

18. Для построения калибровочного графика при определении кремния в широком диапазоне концентраций использовали три стандартных образца стали с содержанием кремния: образец А - 0,03% Si, образец Б - 0,28% Si, образец В - 1,35% Si. Из них приготовили указанные ниже смеси, растворили их, получили окрашенные растворы, содержащие кремнемолибденовый комплекс, и разбавили водой до 100 мл. При фотометрировании этих растворов были получены следующие показания по шкале гальванометра однолучевого фотоколориметра:

Смесь	1	2	3	4	5	6	7	8
Состав смеси, г								
А	0,5	0,25	-	-	-	-	0,1	-
Б	-	0,25	0,5	0,4	0,3	0,2	-	-
В	-	-	-	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Показания гальванометра	95,5	76,0	60,5	42,5	27,5	22,5	15,0	9,5

Отсчет по шкале гальванометра для раствора-фона составил 100 делений.

Навеску исследуемой стали 0,4 г растворили и после указанной выше обработки довели объем раствора водой до 50 мл. При фотометрировании в тех же условиях отсчет по шкале гальванометра составил 52,5 деления.

Определить содержание кремния в стали (в %).

19. Приготовлено четыре стандартных раствора соли железа (II), содержащие 1,00; 1,05; 1,10; 1,15 мг железа. Оптическая плотность окрашенных растворов с *o*-фенантролином, измеренная от-

носителем первого раствора, была равна соответственно 0,24, 0,51 и 0,75. Оптическая плотность исследуемого окрашенного раствора, измеренная при тех же условиях, была равна 1,20.

Определить содержание железа в исследуемом растворе (в мг), если для приготовления окрашенного раствора использовалась  $\frac{1}{5}$  часть раствора.

20. При определении висмута в сплаве, содержащем до 0,02% висмута, используют фотометрическую реакцию с тиомочевинной.

Рассчитать соотношение оптимальных величин навески (в мг) сплава и конечного объема (в мл) фотометрируемого раствора, если известно, что молярный коэффициент поглощения комплекса висмута с тиомочевинной  $\text{Bi}[\text{SC}(\text{NH}_2)_2]_3$  равен 35 000, толщина поглощающего слоя  $l=5$  см, оптимальное значение оптической плотности  $D=0,43$ . Фотометрирование проводят при  $\lambda=322$  нм; молярный коэффициент поглощения раствора тиомочевинины при 322 нм равен 3000.

**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. *Булатов, М.И.* Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа [Текст]: учеб. / М.И. Булатова, И.П. Калинин; Химия. М., 1968. 236 с.
5. *Краткий справочник физико-химических величин* [Текст]: учеб. / под ред. А.А.Равделя, А.М. Пономаревой, изд. 8-е, перераб.; Химия. Л., 1983. 372 с.
6. *Крешков, А.П.* Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ [Текст]: учеб. изд. 8-е, перераб. / А.П. Крешков; Химия. М., 1971. 456 с.
7. *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.
8. *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 - Условия для многовариантных задач №1

Вариант	Определяемый ион или вещество	Реакция образования окрашенного соединения	Длина волны, нм	$\epsilon$	Толщина слоя, см	Ток, в делениях шкалы		Концентрация	Оптическая плотность
						начальный	после поглощения		
I	$MnO_4^-$	собственная окраска	546	2420	1,00	-	-	0,0150г/100 мл	x
II	$Cu^{2+}$	с дитизионом' $CuR_2$ в $CCl_4$	620	35000	1,00	100	75	x мг/мл	
III	$Pb^{2+}$	с дитизионом $PbR_2$ в $CHCl_3$	520	70000	5,00	80	x	1,05 мкг/мл	
IV	$Fe^{3+}$	с ортофенантралином $FeR_3$	490	x	2,00	150	95	0,52 мкг/мл	
V	$Al^{3+}$	с оксихинолином $AlR_3$	390	6700	x	-	-	$2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/л	0,836
VI	$Ge^{4+}$	с фенилфлуороном $GeR_2$	510	10 000	5,00	200	165	x мкг/мл	
VII	хинолин	собственная окраска	275	4500	2,00	-	-	3 мг/л	x
VIII	Азобензол	собственная окраска	438	1100	5,00	-	-	x мг/мл	0,356



## Приложение Б

### Таблица 2 - Условия для многовариантных задач №2

вариант	Определяемый ион	Реакция образования окрашенного соединения	Начальный ток, мка	Стандартный раствор			Исследуемый раствор		
				концентрация	толщина слоя, см	ток, мка	концентрация	толщина слоя, см	ток, мка
I	$Mg^{2+}$	сэриохром черным	100	0,100 г $MgCl_2$ в 250 мл раствора	2,00	60	Mg (в %) в минерале при навеске 0,2 г в 50 мл раствора	3,00	90
II	$Cr_2C_7^{2-}$	собственная окраска	90	Раствор $K_2Cr_2O_7$ с титром по $Fe^{II}$ 0,00150 г/мл	1,00	83,4	Cr (в мг/мл)	1,00	75,2
III	$MoO_4^{2-}$	сдитиолом	75	0,1 г $CO_2$ , содержащий 0,750 % Mo в 25 мл раствора	5,00	64,8	Mo (в %) в стали при навеске 0,2 г в 25 мл раствора	2,00	59,6
IV	$Ni^{2+}$	сдиметилглиоксимом	100	0,250 г $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ в 1 л раствора	1,00	53,2	Ni (в мг/мл)	5,00	73,4
V	$Pb^{2+}$	сдитизоном	100	2,5 мг $CO_2$ в 100 мл раствора	5,00	74,8	Pb (в мг/л)	5,00	92,6
VI	$Sb^{3+}$	с метиловым фиолетовым	100	2,56 мг Sb в 50 мл раствора	0,5	82,3	$Sb_2O_3$ (в %) в минерале при навеске 0,5 г в 100мл раствора	2,5	74,6
VII	$Fe^{3+}$	с KSCN	90	0,0086 раствор $FeCl_2$	1,0	54,6	Fe (в мкг/мл)	5,0	83,4
VIII	$Cu^{2+}$	с аммиаком	75	0,1 г сплава, содержащего 5,26 % Cu в 100 мл раствора	2,5	54,1	Cu (в %) в сплаве при навеске 0,2 г в 250 мл раствора	5,0	63,2







**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.

**ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ 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 Фундамен-  
тальная и прикладная химия, 30.05.03 Медицинская кибернетика

Курск 2016

УДК 543.452

Составитель: А.В. Лысенко

Рецензент

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

**Фотометрические методы анализа:** методические указания по выполнению практических работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.В. Лысенко. Курск, 2016, 25 с.: 3 ил., 2 табл. Библиогр.: 22 с.

Содержат теоретические основы по фотометрическим 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.