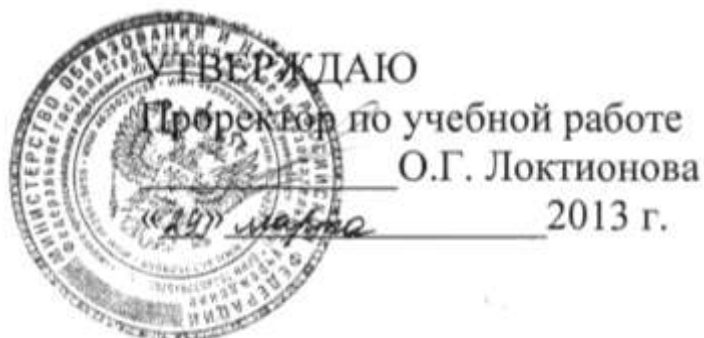


Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 31.12.2020 13:36:44
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d4260b9e3f1c11eabb175e943d14a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

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

Кафедра органической и аналитической химии



СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОМОЧЕВИНЫ И БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ

Методические указания по выполнению лабораторной работы по дисциплине «Аналитическая химия» для студентов 3 курса по направлению 020101.62 «Химия», 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия»; по дисциплине «Аналитическая химия и ФХМА» для студентов 2 курса по направлению 222900.62 «Нанотехнологии и микросистемная техника» и 240100.62 Химическая технология (профиль «Технология и переработка полимеров»)

УДК 543.42

Составители: Н. А. Борщ, Л. А. Горбачева

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент кафедры
«Физическая химия и химическая технология»

С. Д. Пожидаева

Спектрофотометрическое определение тиомочевины и бензойной кислоты в водных растворах: методические указания по выполнению лабораторной работы по дисциплине «Аналитическая химия», «Аналитическая химия и ФХМА» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Н. А. Борщ, Л. А. Горбачева. Курск, 2013. 11 с.

Описана методика спектрофотометрического определения тиомочевины и бензойной кислоты в водных растворах с использованием многоцелевого спектрофотометра «UV-1800» («Shimadzu»). Приведены подробное описание эксперимента для подготовки стандартных образцов, методики сканирования электронных спектров и рекомендации по выбору длины волны для количественного анализа.

Предназначены для студентов, обучающихся по направлению 020101.62 «Химия»; 020201.65 «Фундаментальная и прикладная химия»; 222900.62 «Нанотехнологии и микросистемная техника»; 240100.62 Химическая технология (профиль «Технология и переработка полимеров»).

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать Формат 60x84 1/16
Усл. печ. л. 0.64 Уч.-изд. л. 0.57 Тираж 30 экз. Заказ . Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ:

1. Получить практические навыки работы на спектрофотометре «UV-1800» фирмы «Shimadzu».
2. Ознакомиться с принципами количественного спектрофотометрического анализа.
3. Провести анализ контрольного раствора на содержание тиомочевины и бензойной кислоты в водном растворе при их одновременном присутствии.

Оборудование: автоматический спектрофотометр «UV-1800» фирмы «Shimadzu», кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя 1 см; мерные колбы на 100 и 25 см³.

Реактивы: бензойная кислота, ч или чда; тиомочевина, ч или чда; натрий гидроксид, 0.1 М; вода дистиллированная; спирт этиловый.

Условия проведения анализа: работа проводится в специализированной лаборатории физико-химических методов анализа при наличии допуска к самостоятельной работе и спецодежды (белого халата) под наблюдением опытного лаборанта.

1 Порядок выполнения работы

Количественный спектрофотометрический анализ основан на измерении интенсивности поглощения электромагнитного излучения в видимой и УФ области. Интенсивность поглощения излучения подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бэра, который в логарифмической форме имеет вид:

$$A_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda} \cdot C \cdot l, \quad (2)$$

где A_{λ} - оптическая плотность раствора при выбранной длине волны λ , нм; ε_{λ} - мольный коэффициент поглощения при выбранной длине волны λ ; C – концентрация поглощающего вещества, моль/л; l – толщина поглощающего слоя, см.

В классическом спектрофотометрическом анализе количественному определению оптически активных веществ предшествует построение градуировочных зависимостей с использованием уравнения (2) и стандартных растворов с известной концентрации вещества. При этом оптимальная длина волны электромагнитного излучения выбирается на основе электронных спектров: выбирают такую длину волны, при которой

поглощение определяемого вещества максимально (максимум полосы поглощения), а сопутствующие вещества не поглощают вовсе.

Возможен вариант количественного определения веществ при их совместном присутствии без построения градуировочных зависимостей.

Так, для многокомпонентных систем с n различными поглощающих веществ соблюдается аддитивность поглощения, т.е.

$$A = l \sum_{i=1}^n \varepsilon_i \cdot C_i, \quad (3)$$

В частности, в случае двух поглощающих веществ X и Y для определения их концентрации в растворе нужно решить систему уравнений, записанных для двух длин волн λ_1 и λ_2 :

$$\begin{cases} \varepsilon_x^{\lambda_1} \cdot C_x + \varepsilon_y^{\lambda_1} \cdot C_y = A_1 \\ \varepsilon_x^{\lambda_2} \cdot C_x + \varepsilon_y^{\lambda_2} \cdot C_y = A_2 \end{cases} \quad (4)$$

Обязательное условие возможности решения такой системы уравнений – неравенство нулю ее определителя:

$$\frac{\varepsilon_x^{\lambda_1}}{\varepsilon_y^{\lambda_1}} \neq \frac{\varepsilon_x^{\lambda_2}}{\varepsilon_y^{\lambda_2}}$$

Следовательно, для анализа необходимо выбрать участки электронных спектров, где ход кривых поглощения компонентов смеси максимально различается.

При выполнении работы необходимо:

1. Изучить порядок выполнения эксперимента и правила работы на спектрофотометре.

2. Подготовить спектрофотометр «UV-1800» к работе согласно инструкции.

3. Приготовить стандартные водные растворы тиомочевины и бензойной кислоты с концентрацией $1 \cdot 10^{-2}$ М.

Для этого:

- навеску 0.122 г бензойной кислоты растворить в 5 мл этанола в колбе на 100 мл и довести до метки дистиллированной водой (раствор №1 бензойной кислоты);

- навеску 0.076 г тиомочевины растворить в 20 мл дистиллированной воды в колбе на 100 мл и довести до метки дистиллированной водой (раствор №1 тиомочевины).

4. Приготовить 0.1 М водный раствор NaOH из фиксаляла.

1.1 Определение бензойной кислоты

Для определения содержания бензойной кислоты в контрольном растворе необходимо:

- зарегистрировать электронный спектр поглощения раствора №1 бензойной кислоты относительно дистиллированной воды в интервале длин волн 190-400 нм с помощью программы «UVProbe» с обязательной коррекцией базовой линии по «холостой пробе» (сравнительная кювета с дистиллированной водой);

- выбрать длину волны на максимуме полосы поглощения для построения градуировочного графика на основе стандартных растворов;

- приготовить стандартные растворы (табл. 1) для построения градуировочного графика в колбах на 25 мл. Для этого разбавить раствор №1 бензойной кислоты до концентрации $1 \cdot 10^{-4}$ М, поместив 1 мл раствора №1 в мерную колбу на 100 мл и добавив дистиллированную воду до метки (раствор №2 бензойной кислоты).

Таблица 1

Исходные данные для приготовления стандартных растворов бензойной кислоты

№ п/п	1	2	3	4	5
V, мл раствора №2 бензойной кислоты	2.5	5.0	10	15	25
C, 10^{-5} М	1.0	2.0	4.0	6.0	10.0

- измерить оптическую плотность полученных растворов на выбранной длине волны и построить градуировочный график в координатах $A = f(C)$;

- измерить оптическую плотность контрольного раствора

бензойной кислоты и по градуировочному графику определить концентрацию раствора.

- определить концентрацию бензойной кислоты в автоматическом режиме с использованием фотометрического модуля компьютерной программы «UVProbe».

Для этого:

- 1) В основном окне программы (рис. 1) щелкают по клавише «фотометрический модуль»:

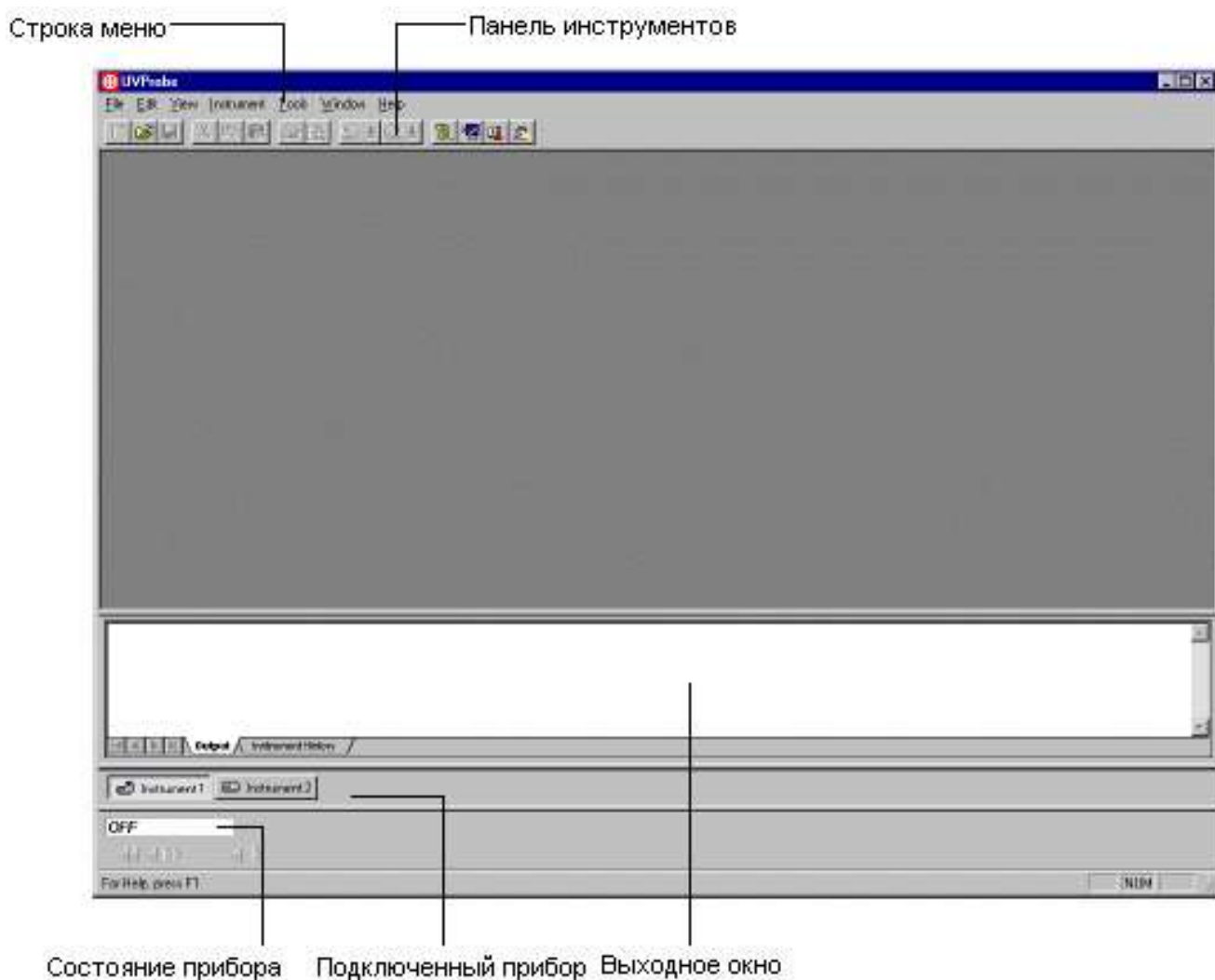


Рисунок 1 – Основное окно программы «UVProbe»

- 2) Открывается окно фотометрического модуля (рис. 2) с соответствующей панелью инструментов (рис. 3).

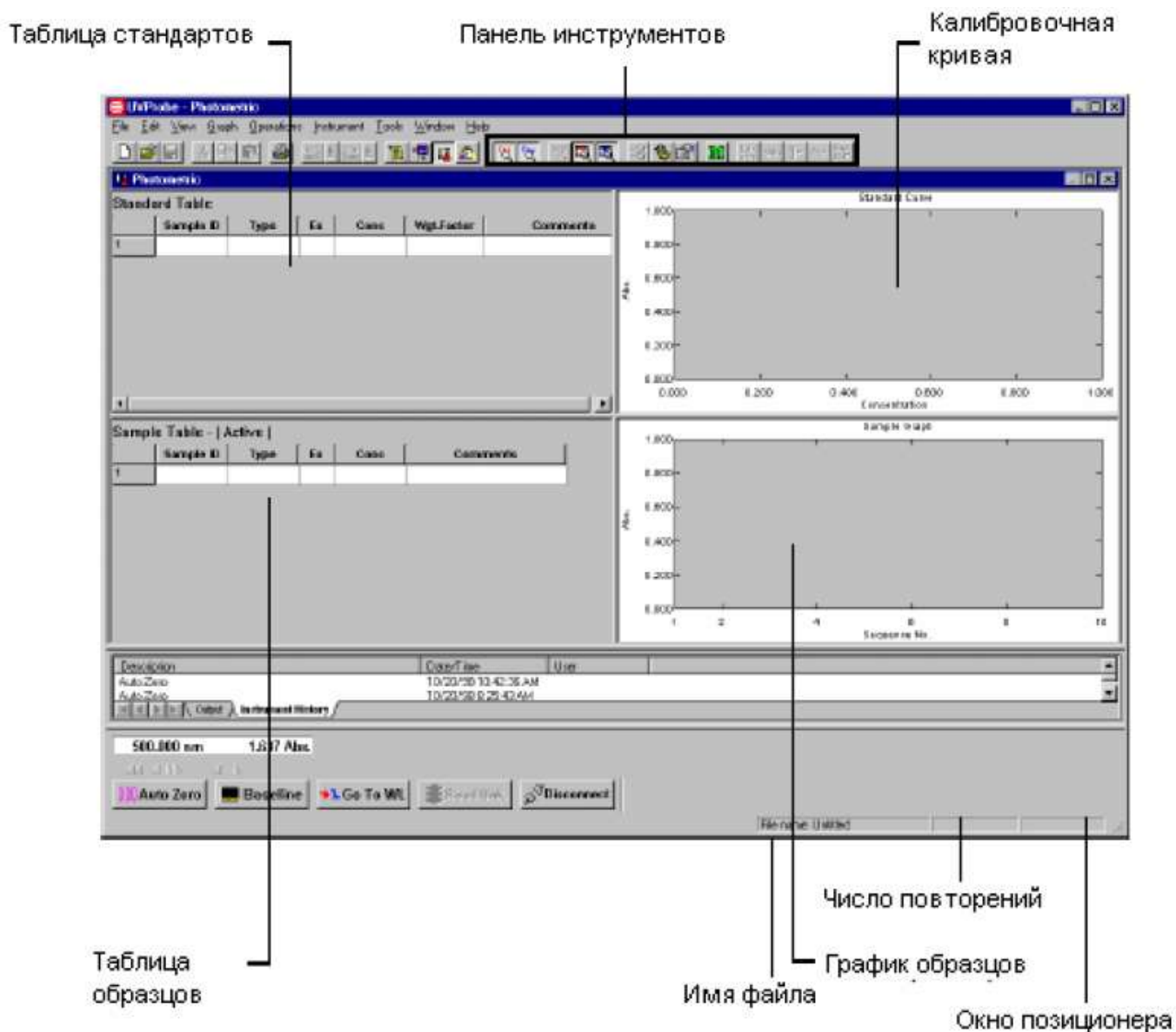


Рисунок 2 – Окно фотометрического модуля.

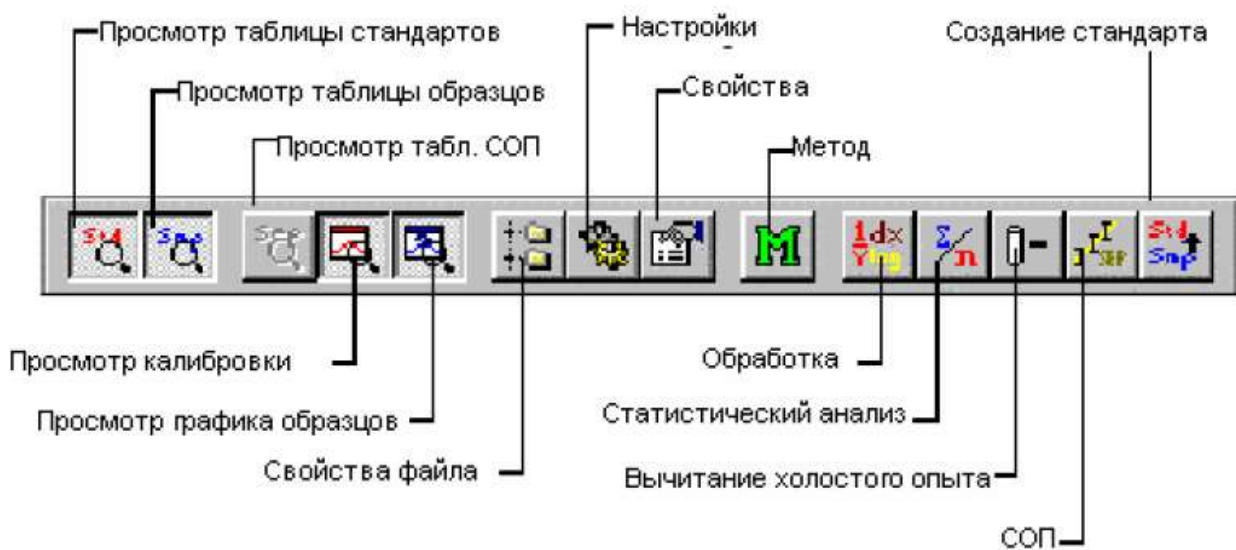


Рисунок 3 – Панель инструментов фотометрического модуля.

- 3) Запустите Мастер фотометрического метода и действуйте в соответствии с его инструкциями. Для этого в фотометрическом окне (рис. 2) выберите: Файл > Новый. Выберите Правка > Метод или щелкните клавишу «Метод».
- 4) Стартует Мастер. В строку «Дл. волны» вставьте выбранное значение длины волны из электронного спектра и нажмите клавишу «Добавить».
- 5) Нажмите «Далее», оставив остальные установки по умолчанию.
- 6) В новом окне в строке «Тип» выберите «Многоточечный», для построения градуировочной кривой по нескольким стандартам.
- 7) Убедитесь, что в строке «Имя столбца» стоит «Результат».
- 8) В строке «Порядок кривой» выберите 1 rd.
- 9) Нажмите «Далее». В открывшемся окне введите «Метод ввода стандартных образцов» - «Пользователь».
- 10) Нажмите «Далее». В открывшемся окне введите «Метод ввода неизвестных образцов» - «Пользователь».
- 11) Нажмите «Далее». Появится страница «Свойства файла». Нажмите «Готово».
- 12) Открывается окно «Метода измерения». Нажмите клавишу «Параметры прибора».
- 13) Выберите «Поглощение» в окошке «Измерение».
- 14) В окошке «Щель» выберите «2.0».
- 15) Нажмите «Заккрыть».
- 16) Щелкните «Таблица стандартов» для активирования и заполнения, например:

Standard Table - (Active)

	Sample ID	Type	Ex	Conc	WL.530.0	WL.550.0	Result	Wgt. Factor	Comments
1	DyeA			0.000				1.000	
2	DyeB			25.000				1.000	
3	DyeC			50.000				1.000	
4	DyeD			75.000				1.000	
5	DyeE			100.000				1.000	
6									

- 17) Убедитесь, что соединение со спектрофотометром выполнено и строка состояния имеет вид:



- 24) Заполните таблицу для всех контрольных образцов студентов группы. Для этого проведите измерения поглощения образцов под своим идентификационным номером.
- 25) Последовательно помещайте контрольные образцы в кюветное отделение, дождавшись окончания измерения после нажатия клавиши “ReadUnk”. Прибор определяет концентрацию образцов по полученному градуировочному графику и заполняет таблицу.
- 26) Сравните данные для своего контрольного образца, полученные по построенному Вами графику и по прибору. Определите относительную погрешность определения.

1.2 Определение тиомочевины

Для определения содержания тиомочевины в контрольном растворе необходимо:

- зарегистрировать электронный спектр поглощения раствора №1 тиомочевины относительно дистиллированной воды в интервале длин волн 190-400 нм с помощью программы «UVProbe» с обязательной коррекцией базовой линии по «холостой пробе» (сравнительная кювета с дистиллированной водой);

- выбрать длину волны на максимуме полосы поглощения для построения градуировочного графика на основе стандартных растворов;

- приготовить стандартные растворы (табл. 2) для построения градуировочного графика в колбах на 25 мл. Для этого разбавить раствор №1 тиомочевины до концентрации $1 \cdot 10^{-4}$ М, поместив 1 мл раствора №1 в мерную колбу на 100 мл и добавив дистиллированную воду до метки (раствор №2 тиомочевины).

Таблица 2

Исходные данные для приготовления стандартных растворов тиомочевины

№ п/п	1	2	3	4	5
V, мл раствора №2 тиомочевины	2.5	5.0	10	15	25
C, 10^{-5} М	1.0	2.0	4.0	6.0	10.0

- измерить оптическую плотность полученных растворов на выбранной длине волны и построить градуировочный график в координатах $A = f(C)$;

- измерить оптическую плотность контрольного раствора тиомочевины и по градуировочному графику определить концентрацию раствора.

- определить концентрацию тиомочевины в автоматическом режиме с использованием фотометрического модуля компьютерной программы «UVProbe», как описано выше.

1.3 Определение бензойной кислоты и тиомочевины при их совместном присутствии

Для этого необходимо:

- приготовить стандартные растворы бензойной кислоты и тиомочевины с концентрацией $1 \cdot 10^{-4}$ М на фоне 0.01 М раствора NaOH. Для этого к 1 мл соответствующего раствора №1 в колбе на 100 мл добавить 10 мл 0.1 М раствора NaOH и довести до метки дистиллированной водой (растворы № 2);

- просканировать электронные спектры растворов бензойной кислоты и тиомочевины № 2 в режиме наложения с использованием программы «UVProbe».

- выбрать длины волн λ_1 и λ_2 на участках, электронных спектров бензойной кислоты и тиомочевины, где ход кривых поглощения наиболее сильно различается;

- измерить оптическую плотность стандартных растворов № 2 бензойной кислоты и тиомочевины при λ_1 и λ_2 и определить молярные коэффициенты поглощения ε_1 и ε_2 ;

- измерить оптическую плотность контрольного раствора при λ_1 и λ_2 и определить концентрацию растворов бензойной кислоты и тиомочевины решением системы уравнений (4).

-оформить результаты работы в виде отчета.