

Лабораторная работа № 2

**Определение массовой
концентрации общего железа с
сульфосалициловой кислотой
(ГОСТ 4011-72)**

Гаврилова Таисия Германовна

Цицилина Дарья Михайловна

I подгруппа	II подгруппа
НЕДЕЛИ	
2, 6, 10, 14	4, 8, 12, 16

8:30 – 11:35

11:20 уборка рабочего места

Сдача долгов: 18 неделя

Содержание

1. Цель работы
2. Характеристика объектов исследования
3. Приборы (оборудование) и материалы
4. Порядок выполнения
5. Результаты исследований
6. Выводы

1 Цель работы

- 1.1 Ознакомиться с ГОСТом 4011-72 «Измерение массовой концентрации общего железа с сульфосалициловой кислотой».
- 1.2 Освоить работу спектрофотометра ЮНИКО 1201.
- 1.3 Определить содержание общего железа в воде колориметрическим методом.

Буферные растворы

Многие реакции в растворе протекают в нужном направлении **только при определенной концентрации ионов H^+** . Изменение её в ту или иную сторону от соответствующего оптимального значения приводит к появлению новых, часто нежелательных продуктов. В связи с этим, поддержание постоянного значения рН на протяжении всего времени осуществления реакции часто является важным условием ее успешного завершения.

Буферные растворы - растворы, способные сохранять постоянной концентрацию ионов H^+ при добавлении к ним небольших количеств сильной кислоты или щелочи, а также при разбавлении.

Буферные растворы сохраняют своё действие только до определённого количества добавляемой кислоты, основания или степени разбавления, что связано с изменением концентраций его компонентов.

Способность буферного раствора сохранять свой рН определяется буферной ёмкостью - в г-экв. сильной кислоты или основания, которые следует прибавить к 1 л буферного раствора, чтобы его рН изменился на единицу.

Буферная ёмкость тем выше, чем больше концентрация его компонентов.

Буферные растворы

кислотные

Обычно образованы слабой неорганической или органической кислотой и солью этой же кислоты с сильным основанием.

Гидрокарбонатный или бикарбонатный буфер

H_2CO_3 ($\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$) слабая кислота	+	NaHCO_3 соль кислоты
---	---	----------------------------------

Ацетатный буфер

CH_3COOH слабая кислота	+	CH_3COONa соль кислоты
--	---	---

основные

Образованы слабым неорганическим или органическим основанием и солью этого основания с сильной кислотой.

Аммиачный буфер

$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (NH_4OH) слабое основание	+	NH_4Cl соль
--	---	--------------------------------

Этиламиновый буфер

$\text{C}_2\text{H}_5\text{-NH}_2$ слабое основание	+	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NH}_3\text{Cl}$ соль
--	---	--

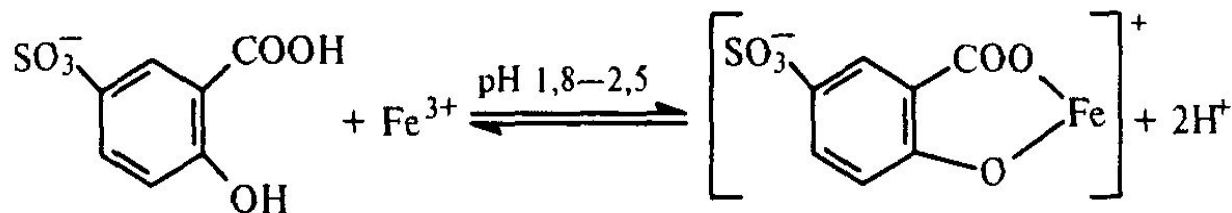
Сущность метода

- Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения.
- Интенсивность окраски раствора, пропорциональна массовой концентрации железа.

**Железо (III) с сульфосалициловой кислотой образует
внутрикомплексные соединения различного цвета в зависимости от
величины рН среды.**

Схематичные реакции образования трех видов комплексов железа

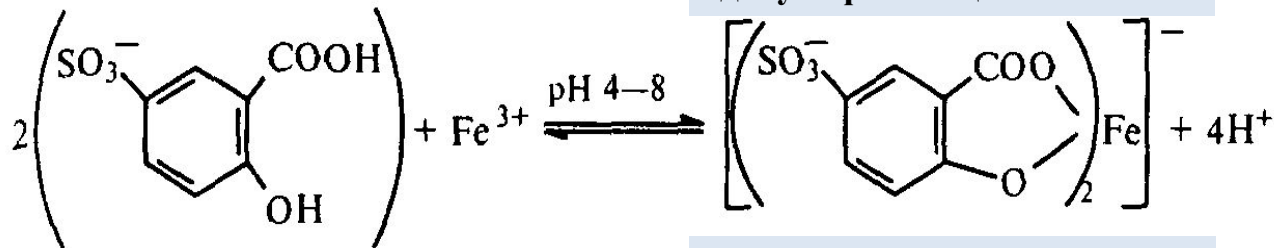
моносulfосалицилат железа



Окраска

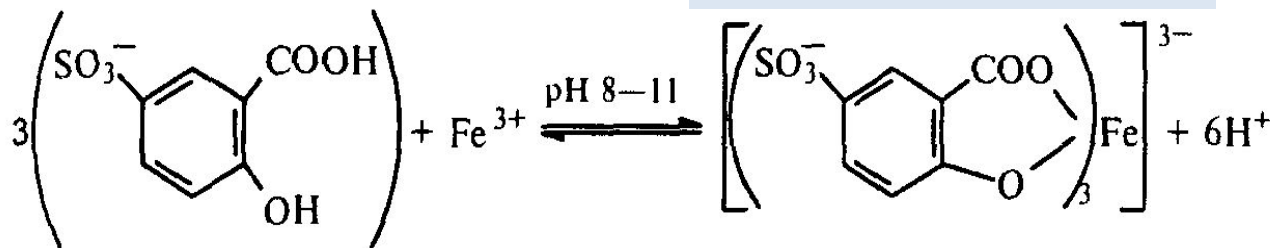
красно-фиолетовая

дисulfосалицилат железа



красно-бурая

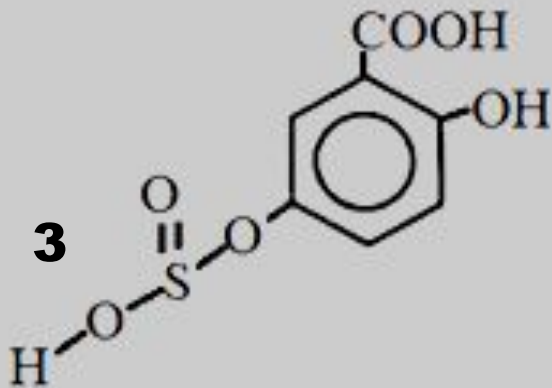
трисulfосалицилат железа



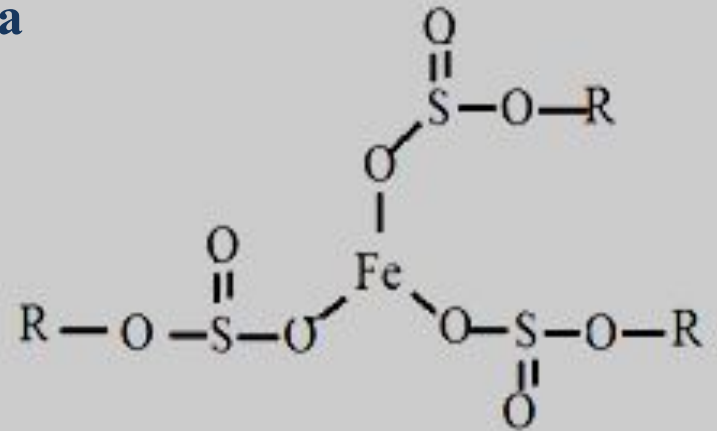
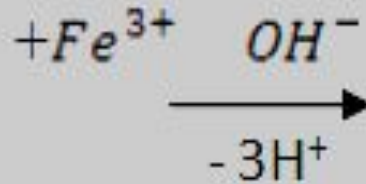
желтая

Выбор комплексного соединения железа для фотометрического анализа обуславливается конкретно заданными условиями.

В лабораторной работе №2



Катионы железа
пробы воды



Сульфосалициловая кислота

**Окрашенное в желтый цвет
комплексное соединение**

В аммиачной среде (щелочной среде) Fe(II) легко окисляется до Fe(III), поэтому именно в этих условиях можно определять суммарное содержание железа. Определение содержания железа выполняется фотометрическим методом по реакции образования желтого комплекса с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде.

При изменении кислотности может получиться комплекс другого состава, имеющий фиолетовую или розовую окраску. В этом случае в колбу, где проходит колориметрическая реакция, следует добавить больше аммиака — столько, сколько нужно для появления желтой окраски.

Измерение оптической плотности окрашенных растворов (D) проводится на спектрофотометре ЮНИКО 1201, при длине волны (λ) равной 400 нм и толщине кюветы (δ) - 3 см.



Рисунок – Внешний вид спектрофотометра ЮНИКО 1201

2 Характеристика объектов исследования

Объектом исследования в данной работе являются пробы воды, отобранной ...

3 Оборудование и материалы

- спектрофотометр ЮНИКО 1201;
- кюветы толщиной оптического слоя 3 см;
- нагревательная плитка;
- коническая колба, $V = 100$ мл;
- мерная колба, $V = 50$ мл;
- пипетки, $V = 50, 2, 1$ мл;
- универсальная индикаторная бумага;
- химический стакан;
- исследуемая проба воды, V не менее 200 мл;
- дистиллированная вода;
- концентрированная соляная кислота;
- раствор хлористого аммония, $C_M = 2$ моль/л;
- раствор сульфосалициловой кислоты (насыщенный);
- раствор аммиака (соотношение аммиака и воды) 1 : 1.

4 Порядок выполнения работы

Приготовьте две параллельные пробы воды, используя следующую методику:

4.1

- При массовой концентрации железа не более 2,0 мг/л отобрать пипеткой 50 мл исследуемой пробы воды в коническую колбу вместимостью 100 мл.
- Добавить 0,2 мл концентрированной соляной кислоты (в случае отсутствия консервирования пробы при отборе).

4.2

- Пробу воды нагреть до кипения и упарить до объема **35-40 мл.**
- Раствор охлаждать до **комнатной температуры.**
- Количественно перенести в мерную колбу вместимостью **50 мл**, 2 раза ополоснуть по 1 мл дистиллированной водой, сливая эти порции в ту же самую мерную колбу.

4.3

- Затем к полученному раствору добавить мерной пипеткой:
 - 1) **1 мл хлористого аммония,**
 - 2) **1 мл сульфосалициловой кислоты,**
 - 3) **1 мл раствора аммиака,**
- Содержимое мерной колбы **тщательно перемешивать** после прибавления каждого реактива.

4.4

- По индикаторной бумаге определить значение **pH раствора**, которое должно быть ≥ 9 .
- Если pH мене 9, то прибавляют еще 1-2 капли раствора аммиака до $\text{pH} \geq 9$.

4.5

- Объем раствора в мерной колбе довести до метки дистиллированной водой.
- Оставить стоять **5 минут** для развития окраски в темном месте.

4.6

- Измерить оптическую плотность окрашенных растворов, используя фиолетовый светофильтр ($\lambda = 400$ нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 3 см, по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

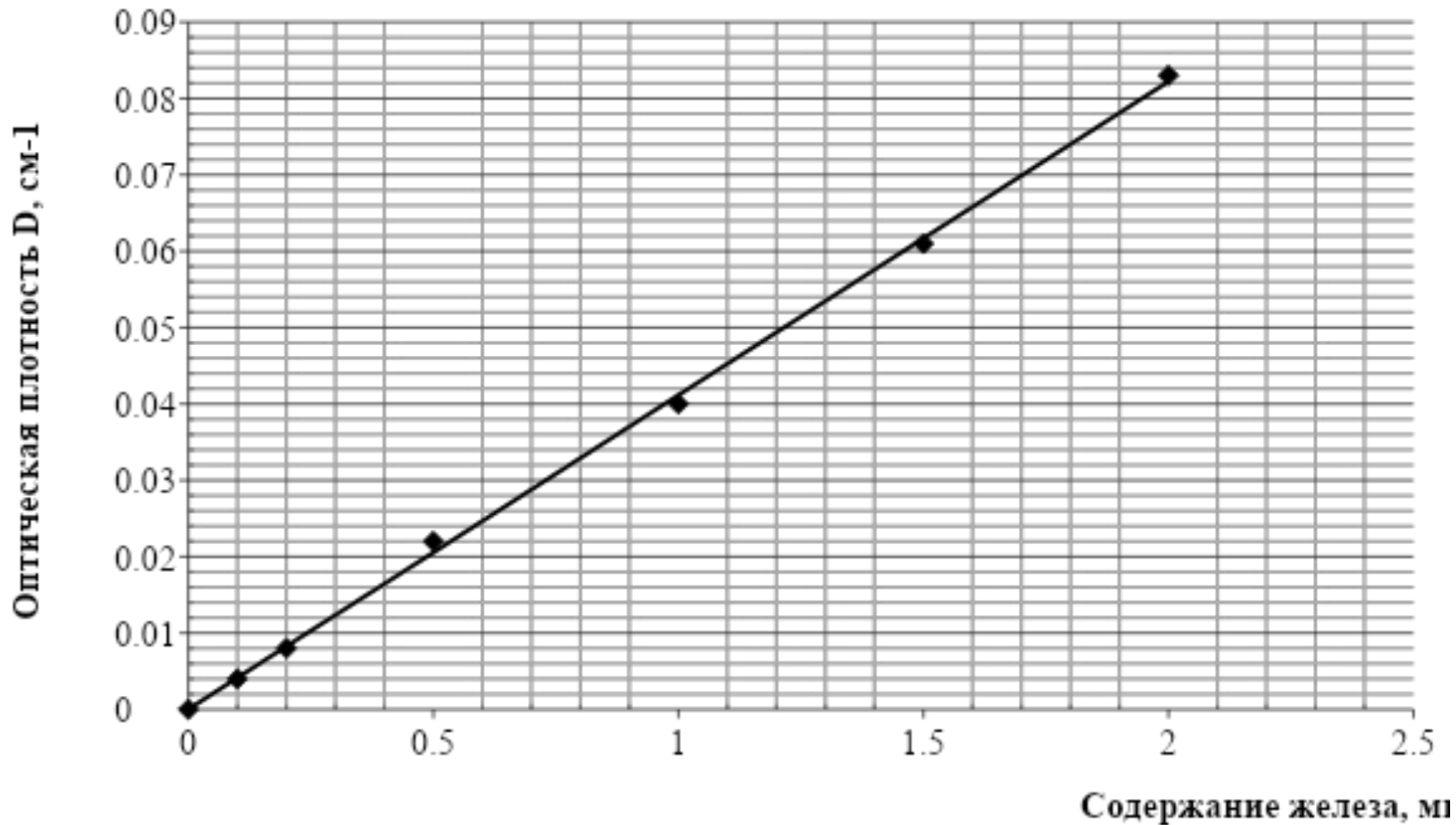
4.7

- Массовую концентрацию общего железа найти по градуировочному графику.

4.8

- Результаты измерения оптической плотности исследуемых растворов занести в таблицу, рассчитать массовую концентрацию железа в анализируемой пробе, оценить сходимость результатов анализа.

Градуировочный график



5 Результаты исследований

Результаты фотометрических измерений оптической плотности растворов

Номер пробы	Оптическая плотность (D), см ⁻¹	Концентрация железа, найденная по градуировочному графику (с), мг/л	Массовая концентрация железа (C _{Fe}) в анализируемой пробе, мг/л	ПДК железа, мг/л
1				<i>Самостоятельно найти значение!</i>
2				

Расчеты

1. Массовую концентрацию железа (C_{Fe} , мг/л) в анализируемой пробе вычислить по формуле:

$$C_{\text{Fe}} = \frac{c \cdot V_1}{V},$$

c - концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/л;

V - объем воды, взятый для анализа, мл;

V_1 - объем, до которого разбавлена проба, мл.

2. Оценить сходимость результатов анализа (А) в процентах по формуле:

$$A = \frac{P(-P_1)_2 100}{P_1 + P_2},$$

P_1 – больший результат из двух параллельных измерений, мг/л;

P_2 – меньший результат из двух параллельных измерений, мг/л.

- За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допустимое расхождение между которыми **не должно превышать 25%**.
- Результат округляют до двух знаков после запятой.

Выводы

1. Освоен оптический метод определения общего железа в воде с сульфасалициловой кислотой.
2. Концентрация общего железа в исследуемой пробе воды составляет.....мг/л.
3. Расхождение между двумя определениями содержания общего железа в воде равно %.

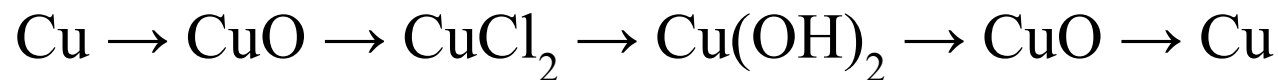
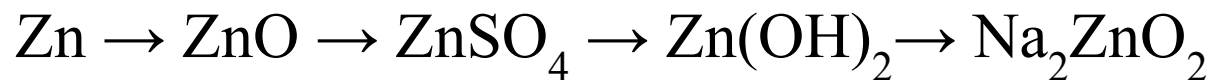
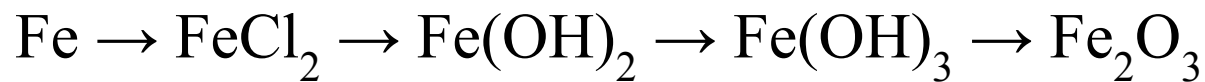
Вопросы к защите

1. Как наличие железа влияет на качество воды? Способы устранения содержания железа.
2. Уравнения реакций, протекающих при проведении данной лабораторной работы.
3. Принцип работы спектрофотометра.
4. Как построить градуировочный график для фотометрического метода исследования?
5. В каких областях может быть использован ГОСТ 4011-72 (перечислить минимум 3)?
6. На чем основан метод измерения массовой концентрации общего железа с сульфосалициловой кислотой?
7. Важнейшие соединения железа (II).
8. Важнейшие соединения железа (III).
9. Качественная реакция на ион железа (III).
10. В соответствии с планом дать характеристику следующим элементам: никель, железо, кобальт

План характеристики элемента

1. Положение в периодической системе химических элементов (порядковый номер, атомная масса, период, группа, подгруппа).
2. Строение атома (заряд ядра; число электронов, протонов, нейтронов; расположение электронов по энергетическим уровням; возможные степени окисления).
3. Физические свойства.
4. Свойства простого вещества.
5. Свойства соединений.
6. Нахождение в природе.

11. Написать уравнения реакций согласно следующей схеме:



12. Расставить коэффициенты с помощью электронного баланса:

