



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра аналитической и физической химии

ФОТОМЕТРИЯ

Методические указания
к лабораторным работам № 2, 3, 4

Самара
Самарский государственный технический университет
2013

Печатается по решению методического совета химико-технологического факультета СамГТУ

УДК 543.422.7

Фотометрический анализ: метод. указ. к лаб. работе. / Сост. Б.М. Стифатов. - Самара; Самар. гос. техн. ун-т, 2013. - 34 с.: ил.

В методических указаниях рассмотрены теоретические основы фотометрии и примеры практического применения разновидностей фотометрического метода для количественного определения ряда веществ.

Указания рассчитаны на студентов, изучающих физико-химические методы анализа в рамках бакалавриата по направлениям 240100, 240700, 241000, 260100 и специалитета по направлениям 020100 и 240300.

УДК 543.422.7

Составитель канд. хим. наук Б.М. Стифатов.
Рецензент канд. хим. наук А.Г. Назмутдинов

@ Б.М. Стифатов, составление, 2013
@ Самарский государственный
технический университет, 2013

Цель работы: изучение теоретических основ и практических приложений методов фотометрического анализа.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Основные понятия фотометрического анализа

Фотометрия (от греч. *photós* - свет и греч. *metréo* - измеряю) – это раздел общей физики, занимающийся измерением света. Фотометрия широко применяется как вид *молекулярно-абсорбционного анализа*, основанного на пропорциональной зависимости между концентрацией однородных систем (например, растворов) и их светопоглощением в видимой, ИК и УФ областях спектра.

Фотометрический метод включает *визуальную фотометрию (колориметрию)*, *фотоколориметрию* и *спектрофотометрию*. Различия в фотометрических методах видны из таблицы:

Таблица 1

Название	Область спектра	Монохроматор	Способ регистрации светопоглощения
Колориметрия	Видимая	Без монохроматора или с ним (т.е. со светофильтром)	Визуальный
Фотоколориметрия	Видимая	Светофильтры	Фотоэлектрический
Спектрофотометрия	Видимая, УФ	Дифракционная решетка, призма	То же

Фотометрические методы подразделяют на *прямые* и *косвенные (фотометрическое титрование)*.

В прямых определяемый ион переводят в светопоглощающее (как правило, комплексное) соединение, а затем по измеренной величине светопоглощения находят содержание иона в растворе. Как косвенный метод фотометрию используют для индикации момента эквивалентности при титровании, когда в этот момент титруемый раствор меняет светопоглощение за счет разрушения или образования цветных комплексов.

Из множества ФХМА фотометрические методы наиболее распространены, вследствие сравнительной простоты оборудования, высокой чувствительности и возможности использования для определения поч-

ти всех элементов как при больших концентрациях (20-30 %), так и микроколичеств (10^{-3} – 10^{-4} %).

Фотометрические концентрационные измерения заключаются в регистрации величины поглощения немонахроматизированного или монахроматизированного (т.е. одноцветного с одной длиной волны) излучения, прошедшего через одинаковые порции исследуемого и стандартного раствора.

Для обеспечения светопоглощения раствора используют *окрашивание исследуемого раствора и монахроматизацию*, пропускаемого через него светового потока. Окрашивание обычно проводят комплексованием ионов определяемого вещества. Окраска комплексных ионов определяется наличием в них *хромофорных групп*. Хромофоры в наибольшей степени поглощают световой поток с цветом дополнительным к их цвету. *Дополнительным* цветом светового потока (с длиной волны λ) называется тот, который при смешении с данным (с λ_0) дает белый или серый. Дополнительный цвет полихромного светового потока получают его монахроматизацией (выделением одной из его составляющих) с помощью светофильтров, призм и дифракционных решеток.

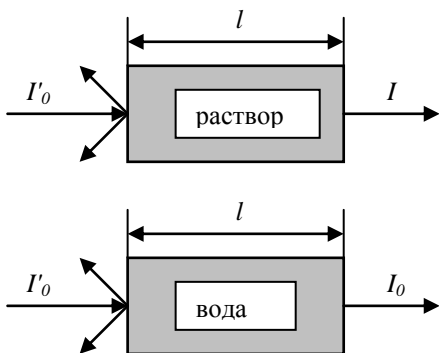


Рис.1. Схема прохождения света через окрашенный раствор и растворитель (воду)

Интенсивность света, прошедшего через окрашенный раствор I , отличается от интенсивности света прошедшего через растворитель I_0 на величину поглощения света окрашенным раствором (рис.1). Потери при отражении и рассеянии будут практически одни и те же при прохождении обоих пучков, так как форма и материал обеих кювет одинаковы, и они содержат один и тот же растворитель.

Величину $\frac{I}{I_0} = T$ называют **пропусканием** (*коэффициентом пропускания*) или **прозрачностью** раствора, а взятый с обратным знаком логарифм T называют **светопоглощением**, **поглощением** или **абсорбционностью** (A). Обозначение A соответствует первой букве в

названии этой величины (ранее которую называют также *оптической плотностью* и обозначают D).

$$A = -\lg T = -\lg \frac{I}{I_0} = \lg \frac{I_0}{I}.$$

Количественную взаимосвязь между светопоглощением раствора и его концентрацией устанавливает объединенный *закон Бугера, Ламберта и Бера*, называемый *основным законом фотометрии*: *светопоглощение (A) раствора пропорционально толщине слоя (l) и концентрации раствора (c).*

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \cdot \ell \cdot c};$$

$$\frac{I}{I_0} = 10^{-\varepsilon \cdot \ell \cdot c};$$

$$A = \varepsilon_{\lambda} \cdot \ell \cdot c.$$

Из уравнения следует, что если проводить измерения светопоглощения анализируемого и стандартного растворов при одной толщине оптического слоя, то отношение их светопоглощений ($A_x/A_{ст}$) зависит только от отношения их концентраций ($c_x/c_{ст}$) и не зависит от l . На этом основана методика фотометрического анализа. Для сравнения концентраций исследуемого и эталонного растворов при одной и той же толщине их оптического слоя применяют прямоугольные *кюветы* (стаканчики) из кварцевого стекла с определенным расстоянием (ℓ) между стенками.

Коэффициент пропорциональности ε_{λ} в формуле основного закона фотометрии называется *молярным коэффициентом поглощения*. Это светопоглощение данного раствора при единичных значениях его концентрации и толщины оптического слоя раствора ($c=1$ моль/л и $\ell=1$ см). ε_{λ} зависит от длины волны λ падающего света, природы растворенного вещества, температуры раствора и не зависит от объема раствора, толщины поглощающего слоя ℓ , концентрации вещества c и интенсивности освещения. Поэтому ε_{λ} является мерой поглощательной способности вещества при данной длине волны и характеристикой чувствительности фотометрического анализа - чем больше ε , тем больше чувствительность, а следовательно, тем при меньших концентрациях можно получать достаточные для анализа величины интенсивности аналитического сигнала – светопоглощения A .

Если раствор *подчиняется основному закону фотометрии*, что является необходимым условием для ряда фотометрических методов, то зависимость $A = f(C)$ - линейная, характеризующаяся прямой, исходящей из начала координат, если нет, то прямолинейность нарушается. Поэтому перед фотометрическим определением выявляют пределы концентраций, для которых применим закон Бугера-Ламберта-Бера.

В соответствии с этим выбирают и фотометрический метод. Например, выполнение этого закона не обязательно для некоторых вариантов колориметрического метода.

Для обеспечения максимальной чувствительности метода в фотометрии строят так называемые «спектры поглощения вещества», т.е. графики зависимости $A = f(\lambda)$ при $c = 1$ моль/л и $\ell = 10$ мм. Спектр поглощения каждого вещества графически представляет собой сложную кривую (рис.2).

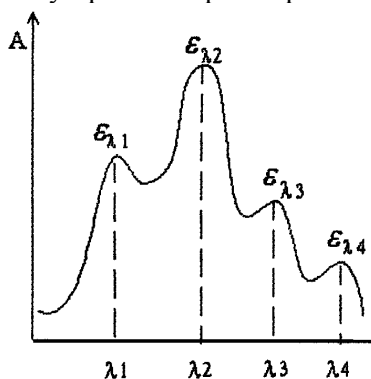


Рис.2. Спектр поглощения раствора

Каждая полоса поглощения (пик на кривой) имеет в максимуме определенное значение ϵ . Измерения следует проводить в участках спектра, отвечающих максимальному значению величины ϵ_{λ} . Измерения при максимальном значении ϵ_{λ} достигается монохроматизацией падающего светового потока, т.е. выделением из сплошного спектра узкого участка. Чем больше монохроматизация, тем точнее можно измерить ϵ_{λ} и, следовательно, тем точнее можно определить концентрацию вещества. Выбор в качестве монохроматора светофильтра основан на следующей зависимости спектров пропускания и поглощения: минимум спектра пропускания (максимум спектра поглощения) определяемого вещества должен совпадать с максимумом пропускания (минимумом поглощения) светофильтра (рис.3).

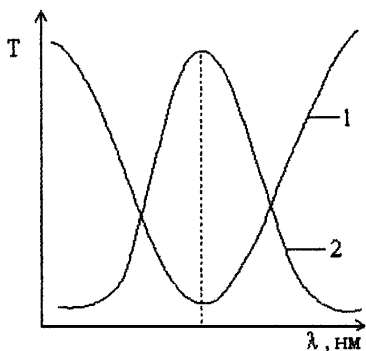


Рис.3. Спектральные характеристики светофильтра (1) и исследуемого раствора (2).

Если спектральная характеристика анализируемого раствора неизвестна, то светофильтр выбирают по дополнительному цвету к окраске раствора (табл. 2). Более совершенна монохроматизация с помощью призм и дифракционных решеток.

Регистрация светопоглощения может проводится *визуально* (т. е. без прибора, «на глазок») или *объективно* с помощью специальных приборов – *фотоэлектроколориметров* или *спектрофотометров*.

Таблица 2

Дополнительные цвета светофильтров к цвету раствора

Цвет анализируемого раствора	Полоса поглощения, нм	Цвет светофильтра
Красный	625-750	Зелено-синий
Оранжевый	590-625	Сине-зеленый
Желтый	574-590	Синий
Желто-зеленый	500-575	Фиолетовый
Зеленый	500-560	Пурпурный
Зелено-синий	490-500	Красный
Сине-зеленый	480-490	Оранжевый
Синий	450-480	Желтый
Фиолетовый	400-450	Желто-синий

Фотоколориметрический метод основан на фотоэлектрическом измерении интенсивности окраски растворов. Общий принцип всех систем фотоэлектроколориметров заключается в том, что световой поток, прошедший через кювету с окрашенным раствором, попадает на фотоэлемент, преобразующий световую энергию в электрическую, измеряемую гальванометром. Фотоэлектроколориметры в зависимости от числа используемых при измерении фотоэлементов делят на две группы: 1) с одним фотоэлементом (*однолучевые*) - КФК-2 и др.; 2) с двумя фотоэлементами (*двухлучевые*) - ФЭК-М, ФЭК-56М, ФЭК-Н-57, ФЭК-60 и др.

Фотоэлектроколориметрирование уменьшает трудоемкость и повышает точность и объективность анализа.

Спектрофотометрический метод основан на измерении с помощью спектрофотометра светопоглощения раствора в монохроматическом потоке света, т.е. потоке света с определенной длиной волны. Светопоглощение в спектрофотометре также измеряется фотоэлементами. Однако в нем имеется призма или дифракционная решетка и щель, позволяющие разложить световой поток в спектр, отобразить и направить на кювету с анализируемым раствором свет с необходимой длиной волны или световой пучок с узким участком спектра, который преимущественно поглощает анализируемое соединение раствора. Измерение светопоглощения при длине волны, соответствующей максимуму светопоглощения, увеличивает чувствительность и облегчает определение одного окрашенного соединения в присутствии другого. Для анализа используют спектрофотометры различного типа.

Определение концентрации растворов в прямой фотометрии проводят методами *стандартной серии*, *сравнения* и *стандартной добавки*. При этом два последних метода требуют строгого выполнения основного закона фотометрии.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

РАБОТА № 2	Фотометрическое определение железа в водном растворе с помощью фотэлектрocolориметра
------------	---

Цель работы: ознакомиться с комплексом исследований, определяющих возможность фотометрических измерений и освоить методику фотометрических определений на фотэлектрocolориметрах.

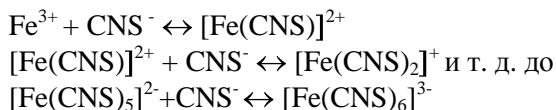
Сущность метода

Метод заключается в определении содержания определяемого вещества путём сравнения интенсивности окраски его раствора с интенсивностью окраски стандартного раствора с помощью фотэлектрocolориметра, что значительно повышает точность анализа, что значительно повышает точность анализа по сравнению с визуальным колориметрированием.

Фотоколориметрическое определение железа основано на образовании окрашенных комплексных соединений железа (III) с CNS-

ионом. Окрашивание раствора, содержащего ион Fe^{3+} , проводят путём добавления к нему раствора тиоцианата (роданида) калия или аммония.

При этом раствор окрашивается в красный цвет. Ион железа (III) с тиоцианат-ионами в зависимости от их концентрации образует несколько комплексных соединений. В растворе могут существовать тиоцианатные комплексы с координационным числом от 1 до 6. Реакция образования окрашенных комплексов железа проходит по следующей схеме:



При повышении концентрации тиоцианат-ионов в растворе интенсивность окраски комплекса увеличивается. Поэтому при анализе к обоим сравниваемым растворам следует прибавлять совершенно одинаковый избыток реактива.

Соли железа (III), особенно, в разбавленных растворах, подверженных гидролизу, концентрация ионов железа в растворе при этом уменьшается, что приводит к ослаблению окраски раствора.

Во избежание этого гидролиз, подавляют добавлением азотной кислоты. Определению железа с тиоцианат-ионами мешают, прежде всего, те вещества, которые связывают в комплекс ион железа (III) или ион тиоцианата, а также восстановители, способные восстанавливать Fe^{3+} до Fe^{2+} , и большое количество окислителей, разрушающих тиоцианат-ион.

Определение содержания железа в исследуемом растворе можно провести по методу сравнения, стандартной добавки и градуировочного графика. Первые два метода требуют строгого выполнения основного закона фотометрии. Поэтому перед анализом следует проверить выполнимость этого закона для определения железа в виде тиоцианатного комплекса.

Нижний предел диапазона определяемых содержаний данного метода в отношении железа равен $5 \cdot 10^{-5}$ мг/мл.

План работы

1. Изучить сущность фотометрического определения железа и принцип работы одно- и двухлучевого фотоэлектроколориметра (приложения № 1, 2, 3).

2. Приготовить и окрасить стандартную серию растворов и испытуемый раствор железа, реакцией с тиоцианатом калия.

3. Выбрать светофильтр, обеспечивающий максимальную чувствительность метода фотометрического определения железа в виде тиоцианатного комплекса.

4. Провести проверку выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бера для фотометрии железа в виде тиоцианатного комплекса.

5. Провести определение содержания железа в контрольном растворе по методу сравнения и градуировочного графика. Сравнить полученные результаты.

6. Сдать результаты анализа преподавателю, оформить отчёт по лабораторной работе, привести в порядок рабочее место.

Приборы и реактивы

1. Фотоколориметр КФК-2 или другой марки.
2. Колба мерная объемом 100мл, 3 шт.
3. Колба мерная объемом 50мл, 5 шт.
4. Цилиндр мерный объемом 20 мл, 1 шт.
5. Пипетка градуированная.
6. Капельная пипетка, 1 шт.
7. Химический стакан, 1 шт.
8. Кислота азотная плотностью 1,4.
9. Раствор смеси KCNS (или NH_4CNS) и H_2SO_4 , 10%.

Ход работы

Получают у лаборанта в двух мерных колбах объемом 100 мл стандартный и испытуемый растворы железа (III). Полученные растворы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Титр полученного стандартного раствора равен 0,05 мг/мл.

1. *Снятие и построение кривой светопоглощения тиоцианатного комплекса железа (выбор светофильтра).* В мерную колбу на 100 мл отбирают пипеткой 5мл стандартного раствора железа, добавляют 10 мл смеси KCNS и H_2SO_4 , 3 - 4 капли HNO_3 , доводят до метки водой, перемешивают и заполняют этим раствором кювету с толщиной поглощающего слоя $l = 10$ мм. Рабочие поверхности кювет должны перед каждым измерением тщательно протираться фильтровальной бу-

магой. При установке кювет в кюветодержатели прибора нельзя касаться пальцами рабочих участков кювет. В соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора (см. приложение) производят замеры величины светопоглощения A и коэффициента светопропускания T %, приготовленного выше раствора с каждым из имеющихся в приборе - светофильтров № 3, 4, 5, 6, 7. Полученные данные сводят в таблицу и по ним строят график зависимости $A=f(\lambda)$ и $T=f(\lambda)$ (рис. 4). Длины волн пропускания, характеризующие светофильтры, даны в приложении.

По построенному графику подбирают светофильтр, которому соответствует максимум A и минимум T . **Далее все остальные измерения на приборе производят только с этим выбранным светофильтром!**

2. Проверка выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бера к раствору тиоцианатного комплекса железа. Закон Бунгера-Ламберта-Бера выполняется для раствора тиоцианатного комплекса железа, если построенные для него графики зависимости $A = f(l)$ и $A = f(c)$ линейные и исходят из начала координат.

Для построения графика зависимости светопоглощения тиоцианатного комплекса железа от толщины поглощающего слоя, измеряют светопоглощение раствора, приготовленным для снятия кривой светопоглощения, в трех кюветах, имеющих толщину поглощающего слоя 5, 10 и 20 мм.

Полученные данные сводят в таблицу и по ним строят график в координатах « $A - l$ » и делают вывод о выполнимости закона Бугера-

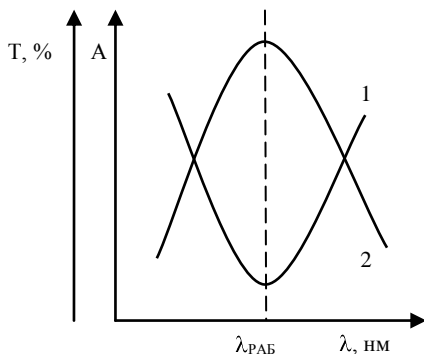


Рис.4. Зависимость светопоглощения A и коэффициента светопропускания T от длины волны λ : 1- $T=f(\lambda)$; 2- $A=f(\lambda)$

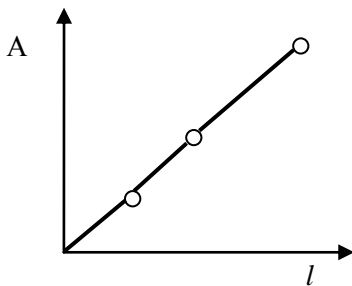


Рис.5. Зависимость светопоглощения A от толщины поглощающего слоя

Ламберта-Бера (рис.5). Для построения графика зависимости светопоглощения от концентрации железа, в четыре мерные колбы объемом 50 мл отмерить градуированной пипеткой 1,0 мл; 2,0 мл; 3,0 мл; 4 мл стандартного раствора железа.

В каждую колбу добавить 4-5 капель азотной кислоты и 10 мл смеси тиоционата с серной кислотой. Растворы в колбах довести до метки водой и тщательно перемешать. Затем измерить светопоглощение каждого из полученных растворов A_1, A_2, A_3, A_4 (соответственно) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм с выбранным светофильтром.

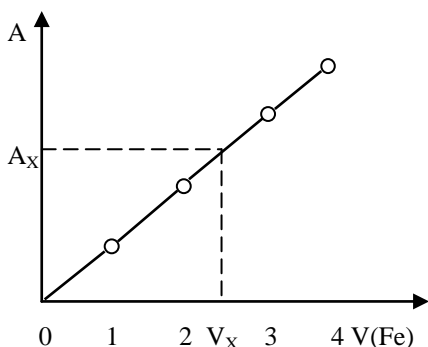


Рис.6. График зависимости светопоглощения (A) от объема (концентрации) стандартного раствора железа.

Полученные данные занести в таблицу и по ним построить график (рис.6) в координатах $A = f(V(\text{Fe}))$, который полностью соответствует графику $A = f(C(\text{Fe}))$, поскольку $c(\text{Fe})$ в растворах стандартной серии, пропорциональна взятым для их приготовления объемам исходного стандартного раствора железа, то ось концентрации можно проградуировать в мл. По виду графика следует сделать вывод о выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бера.

Этот же график далее используют для определения концентрации железа в исследуемом растворе по методу градуировочного графика.

3. *Определение концентрации железа в исследуемом растворе* проводят двумя способами – *сравнения* и *стандартной серии*.

Способ сравнения. В нем сравнивают светопоглощение 4 мл исследуемого и 4 мл стандартного растворов, окрашенных и разбавленных в мерных колбах на 50 мл, как указывалось выше. Стандартный раствор берут из предыдущего опыта, а исследуемый готовят из исходного исследуемого раствора.

Затем измеряют оптическую плотность полученного окрашенного раствора A_x с выбранным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм. Полученное значение сравнивают со значением A_4 из предыдущего опыта.

Расчет содержания железа (мг) производят по формуле:

$$m(Fe) = \frac{T_{ст} \cdot A_x \cdot V_{м.к.}}{A_4},$$

где $T_{ст}$ - титр стандартного раствора железа, мг/мл; A_x - оптическая плотность исследуемого раствора железа; A_4 - оптическая плотность раствора сравнения, содержащего 4,0 мл стандартного раствора железа; $V_{м.к.}$ - объем мерной колбы исследуемого раствора, мл.

Метод градуировочного графика. В этом методе используют градуировочный график зависимости $A = f(c)$ – рис. 6. По графику устанавливают, какому объему стандартного раствора железа V_x соответствует оптическая плотность A_x исследуемого раствора.

Расчет содержания железа (мг) в исследуемом растворе проводят по формуле:

$$m(Fe) = T_{ст} \cdot V_x \frac{V_{м.к.}}{V_{пип.}},$$

где V_x - объем стандартного раствора, найденный по градуировочному графику и соответствующий измеренной величине A_x , мл; $V_{пип.}$ - объем пипетки, аликвоты исследуемого раствора, взятой для анализ, мл.

В общем выводе представить два результата анализа железа в исследуемом растворе по методу сравнения и градуировочного графика.

РАБОТА № 3	Фотометрическое определение кремния, марганца, никеля и хрома в сточных водах
------------	--

Цель работы: ознакомиться с вариантами фотоколориметрического определения различных веществ в сточных водах.

Сущность анализа

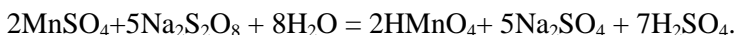
Анализ основан на измерении содержания определяемого вещества в сточной воде путём сравнения величин светопоглощения анализируемого раствора и стандартного раствора с помощью фотоэлектроколориметра.

Для обеспечения светопоглощения растворов в видимой области спектра их перед фотоэлектроколориметрированием окрашивают с помощью следующих химических реакций:

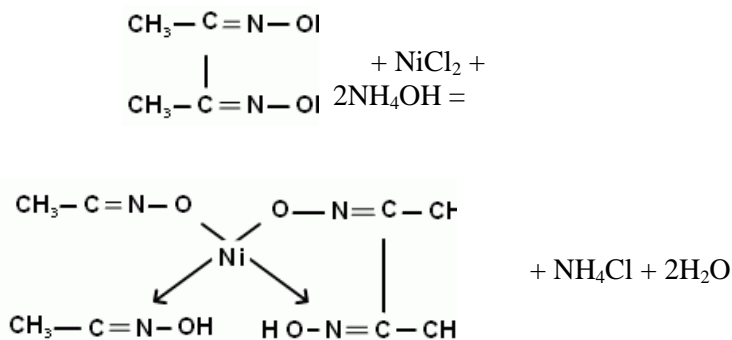
1) *окрашивание раствора кремния* основано на его реакции с молибдатом аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ и образовании кремнемолибденовой гетерополикислоты $\text{H}_8[\text{Si}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_6]$ желтого цвета. Полученное соединение восстанавливается хлоридом олова (II) до молибденовой сини. Образующаяся окраска используется для фотометрирования.

2) *окрашивание раствора фосфора* производится также молибдатным методом, основанным на получении фосфорномолибденовой гетерополикислоты $\text{H}_7[\text{P}(\text{Mo}_2\text{O}_7)_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ с последующим восстановлением ее до молибденовой сини сульфитом натрия Na_2SO_3 .

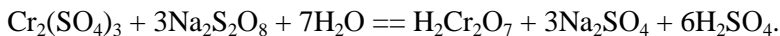
3) *окрашивание раствора марганца* основано на окислении Mn (II) до Mn (VII) персульфатом натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ в присутствии катализатора нитрата серебра, что ведет к получению марганцевой кислоты, окрашенной в фиолетовый цвет:



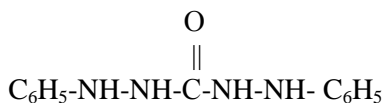
4) *окрашивание раствора никеля* основано на применении известной реакции Л.А. Чугаева, с помощью которой окрашивают раствор никеля (II) в красно-бурый цвет при взаимодействии с диметилглиоксимом (ДМГО) в щелочной среде в присутствии окислителя:



5) *окрашивание раствора хрома* основано на определении ионов хрома (III) в бихромат-ионы с помощью персульфата натрия в присутствии катализатора нитрата серебра:



Образующиеся при этом дихромат-ионы обладают высоким окислительным потенциалом и способны окислять органический реактив *дифенилкарбазид*,



окисленная форма которого окрашивает водный раствор в красно-фиолетовый цвет, по интенсивности которого и судят о концентрации хрома в анализируемом растворе.

Фотоколориметрическое определение всех перечисленных элементов производится *по методу добавок*, который представляет собой разновидность метода сравнения и, как и последний, пригоден при строгом соблюдении закона Бугера-Ламберта-Бера.

План работы

1. Ознакомиться с теорией фотометрического анализа, принципом работы фотоколориметра (приложение № 1, 2, 3) и сущностью фотометрического определения заданных веществ.

2. Проверить наличие необходимых для анализа веществ приборов, реактивов и инструментов.

3. Приготовить и окрасить стандартный и испытуемый растворы анализируемых веществ.

4. Провести фотометрические исследования, подобрав оптимальные для анализа кюветы.

5. Рассчитать результаты анализов и сдать их преподавателю. Оформить отчет по лабораторной работе и привести в порядок рабочее место.

Порядок выполнения работы

1. Определение кремния

Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-ХЛ-4 или другой марки.
2. Колба мерная объемом 10 мл, 3 шт.
3. Колба коническая объемом 150 мл, 2 шт.
4. Пипетка объемом 5 мл.

5. Микродозатор объемом 100 мкл (0,1 мл) (см. приложение).
6. Цилиндр мерный,
7. Пипетка капельная.
8. Серная кислота - 0,25М и 4М растворы.
9. Молибдат аммония - 5%-ный раствор.
10. Хлорид олова (II) - 2%-ный раствор.
11. Стандартный раствор силиката натрия.

Ход анализа

В мерную колбу на 100 мл получают у лаборанта исследуемый раствор кремния, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Отбирают пипеткой две аликвоты исследуемого раствора по 5 мл этого раствора и помещают их в конические колбы № 1 и 2 соответственно. В колбу № 2 при помощи микродозатора добавляют 0,1 мл стандартного раствора силиката натрия. Затем в каждую колбу прибавляют по 10 мл воды, 10 мл серной кислоты, 0,25 М и 10 мл молибдата аммония. Содержимое колб тщательно перемешивают и оставляют на 5 мин для полноты завершения реакции. По истечении 5 мин к растворам приливают по 20 мл серной кислоты 4М для предотвращения восстановления избыточного молибдата аммония; перемешивают и прибавляют по 2 мл раствора хлорида олова (II). Последний приливают медленно при перемешивании.

Полученные синие растворы количественно переносят в мерные колбы на 100 мл № 1 и 2 соответственно, доводят до метки водой, перемешивают и фотометрируют при красном светофильтре и подобранной кювете (см. приложение № 4).

Расчет массы кремния проводят по формуле:

$$m_x = \frac{T_{cm} \cdot V_{cm} \cdot A_1 \cdot V_{м.к.}}{A_2 - A_1 \cdot V_{pip.}}, \text{ г}$$

где T_{cm} - титр стандартного раствора кремния, равный 0,00041/мл; V_{cm} - объем добавки стандартного раствора, мл; A_1 - оптическая плотность исследуемого раствора; A_2 - оптическая плотность исследуемого раствора с добавкой; $V_{мк}$ - объем мерной колбы, мл; $V_{pip.}$ - объем пипетки (аликвоты) исследуемого раствора, мл.

2. Определение марганца

Приборы и реактивы

1. Фотоколориметр КФК-ХЛ-4 или другой марки.
2. Колба мерная объемом 100мл, 2 шт.
3. Колба коническая объемом 150 мл, 2 шт.
4. Пипетка объемом 10 мл, 1 шт.
5. Цилиндр мерный.
6. Капельная пипетка.
7. Микродозатор объемом 100 мкл (0,1 мл) (см. приложение).
8. Серная кислота, раствор 1 моль/л.
9. Нитрат серебра - 0,5 % -ный раствор.
10. Персульфат натрия -5 %-ный свежеприготовленный раствор.

Ход анализа

Две аликвоты по 10 мл исследуемого раствора пипеткой помещают в конические колбы № 1 и 2 соответственно. В колбу № 2 при помощи микродозатора добавляют 0,1 мл (100 мкл) стандартного раствора, содержащего фосфор и марганец. Затем в обе колбы прибавляют по 10 мл серной кислоты, 5 мл нитрата серебра и 5 мл персульфата натрия. Растворы нагревают на электроплитке и кипятят 5 мин, охлаждают под струёй воды до комнатной температуры и количественно переносят в мерные колбы на 100 мл № 1 и 2 соответственно. Доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптические плотности A_1 и A_2 соответственно при зеленом светофильтре и подобранной кювете (см. приложение № 4).

Расчет содержания марганца аналогичен расчету содержания кремния (п. 1).

3. Определение фосфора

Приборы и реактивы

1. Фотоколориметр КФК-ХЛ-4 или другой марки.
2. Водяная баня с температурой воды 60°C.
3. Колба мерная объемом 100 мл, 3 шт.
4. Колба коническая объемом 150 мл, 2шт.

5. Пипетка объемом 10 мл.
6. Микродозатор (см. приложение) объемом 100 мкл (0,1 мл).
7. Цилиндр мерный; 2 шт.
8. Капельная пипетка.
9. 5%-ный раствор молибдата аммония в соляной кислоте
10. Сульфит натрия сухой.

Ход анализа

В мерную колбу на 100 мл получают у лаборанта исследуемый раствор, содержащий фосфор и марганец, доводят до метки водой, перемешивают.

Отбирают 2 аликвоты этого раствора пипеткой на 10 мл и помещают их в конические колбы № 1 и № 2 соответственно. В колбу № 2 при помощи микродозатора добавляют 0,1 мл (100 мкл) стандартного раствора, содержащего фосфор и марганец. Затем в каждую колбу добавляют при перемешивании по 6 мл смеси молибдата аммония с соляной кислотой. Растворы нагревают на водяной бане и добавляют периодически порциями примерно, по 0,1 г сульфита натрия (**в вытяжном шкафу при включенной тяге!**), каждый раз перемешивая раствор, до тех пор, пока не получится чисто синий цвет раствора.

Полученные синие растворы количественно переносят в мерные колбы на 100 мл №1 и №2 соответственно, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптические плотности A_2 и A_1 соответственно на фотоколориметре при красном светофильтре и подобранной кювете (выбор кюветы и работу с прибором см. приложение № 4).

Расчет массы фосфора аналогичен расчету содержания кремния (п. 1).

4. Определение никеля

Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-ХЛ-4 или другой марки.
2. Колба мерная объемом 100 мл, 3 шт.
3. Пипетка объемом 10 мл.
4. Микродозатор объемом 100 мкл (0,1 мл) (см. приложение).
5. Цилиндр мерный.
6. Сегнетова соль (виннокислый калий-натрий) - 5 % щелочной раствор.

7. Персульфат аммония (натрия) - 7% свежеприготовленный раствор.
8. Диметилглиоксим (ДМГО) - 1% спиртовой раствор.
9. Капельная пипетка.

Ход анализа

В мерную колбу на 100 мл получают у лаборанта исследуемый раствор, содержащий никель, и хром, доливают до метки водой, тщательно перемешивают.

Для определения никеля отбирают пипеткой две аликвоты по 10 мл исследуемого раствора и помещают их в мерные колбы объемом 100 мл №1 и 2 соответственно. В колбу № 2 при помощи дозатора добавляют 0,1 мл стандартного раствора, содержащего никель и хром. Затем в обе колбы прибавляют 5 мл растворов диметилглиоксима, сегнетовой соли и 10 мл персульфата аммония при энергичном перемешивании.

Полученные окрашенные растворы разбавляют до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают, измеряют оптические плотности A_2 и A_1 с помощью фотоколориметра при желто-зеленом светофильтре.

Расчет содержания никеля аналогичен расчету содержания кремния (п. 1).

5. Определение хрома

Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр КФК-ХЛ-4 или другой марки (см. приложение).
2. Колба, мерная объемом 100 мл, 2 шт.
3. Колба коническая объемом 150 мл, 2 шт.
4. Пипетка объемом 5 мл.
5. Микродозатор объемом 100 мл (0,1 мл) (см. приложение).
6. Цилиндр мерный.
7. Кислота серная - 1 моль/л.
8. Персульфат аммония - 7 %-ный свежеприготовленный раствор.
9. Нитрат серебра - 0,5 %-ный раствор.
10. Дифенилкарбазид - насыщенный спиртовой раствор.
11. Стандартный раствор, содержащий хром и никель, концентрация хрома 0,0004 г/мл.

Ход анализа

Отбирают пипеткой две порции по 5 мл исследуемого раствора и помещают их в конические колбы № 1 и 2 соответственно. В колбу № 2 при помощи микродозатора добавляют 0,1 мл стандартного раствора, содержащего хром и никель. Затем в обе колбы прибавляют по 20 мл серной кислоты, 5 мл персульфата аммония (натрия) и 5 мл нитрата серебра. Растворы нагревают на электроплитке и кипятят не менее 5 мин для разложения избытка персульфата. После этого растворы охлаждают под струёй воды до комнатной температуры и прибавляют к ним по 10 мл спиртового раствора дифенилкарбазида.

Полученные окрашенные растворы количественно переносят в мерные колбы, вместимостью 100 мл № 1 и № 2 соответственно. Измеряют абсорбционности A_2 и A_1 соответственно на фотоколориметре при зеленом светофильтре и подобранной кювете (см. приложение 2).

Расчет содержания хрома аналогичен расчету содержания кремния (п. 1).

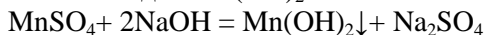
РАБОТА № 4	Фотометрическое определение кислорода в питьевой и природной воде
------------	--

Сущность анализа

Содержание растворенного кислорода определяют в чистых водах и сточных, прошедших очистку перед спуском в водоем. Содержание кислорода в водоемах рыбохозяйственного значения должно быть в пределах не менее 4 -6 мг/л. Определяют кислород и для оценки коррозионных свойств воды.

Существует несколько методов определения кислорода в водах. Классический метод Винклера позволяет определить кислород при его содержании не ниже 0,2 мг/л. Для определения меньших концентраций кислорода предложены фотометрические методы, основанные на окислении бесцветных лейкоосновний красителей в их окрашенные соединения. Разработаны также приборы для автоматического измерения кислорода, в которых используют специальные мембраны, чувствительные к кислороду. Ниже описан видоизмененный метод Винклера определения кислорода в питьевой воде фотометрическим методом.

Для окрашивания в анализируемую пробу воды вводят $MnSO_4$ и $NaOH$. Образуется белый осадок $Mn(OH)_2$



Осадок $Mn(OH)_2$ окисляется растворенным в воде кислородом



среде $Mn(OH)_4$ проявляет сильные окислительные свойства и легко окисляет йодид-ионы I^- до I_2



Из уравнений реакций (1-2) видно, что в избытке $KI + H_2SO_4$ осадок $Mn(OH)_4$ растворяется с выделением эквивалентного количества I_2 количеству кислорода, содержащемуся в воде:

$$n(1/2O_2) = n(I_2)$$

Выделившийся йод окрашивают раствором крахмала. Затем фотометрически измеряют светопоглощение (A) исследуемой воды, окрашенной образовавшимися адсорбционными комплексами синего цвета. Измерения проводят с помощью фотоэлектроколориметра.

Реактивы, посуда, приборы

1. Колба мерная с пробкой на 100 мл (1 шт.).
2. Колба мерная на 50 мл (2 шт.).
3. Пипетка аналитическая на 1 мл.
4. Раствор смеси $NaOH$ (40%) + KI (10%) + $CO(NH_2)_2$ (5%).
5. Стандартный раствор I_2 с $c(1/2 I_2) = 0,005$ моль/л.
6. Крахмал (1% раствор с глицерином).
7. Кислота серная (1:4).
8. Раствор $MnSO_4$ (насыщенный).
9. Шприц медицинский.
10. Фотоэлектроколориметр с набором кювет.

Ход анализа

В мерную колбу на 100 мл отбирают из водопроводного крана пробу воды, наливая ее до самого верха горлышка колбы. Шприцем вводят в колбу 1 мл раствора $MnSO_4$, погружая трубку шприца до самого дна колбы. Часть воды при этом выливается. Другим шприцем вносят туда же 2 мл смеси $NaOH$ (40%) + KI (10%) + $CO(NH_2)_2$ (5%), не погружая трубку в глубину раствора. Колбу с раствором закрывают

пробкой так, чтобы под пробкой не было пузырьков воздуха, тщательно перемешивают, дают осадку осесть на дно колбы. После 5 мин выдержки пробку удаляют и вносят в колбу шприцем 5 мл раствора серной кислоты, погружая шприц на $\frac{1}{2}$ толщины раствора. Колбу снова закрывают пробкой и раствор перемешивают. Осадок растворяется, а раствор окрашивается выделившимся йодом в желто-коричневый цвет. Из этого раствора аналитической пипеткой отмеряют 1 мл его и переносят в мерную колбу на 50 мл, добавляют приблизительно 2 мл раствора крахмала, разбавляют до риски колбы дистиллированной водой, перемешивают. С помощью фотоэлектроколориметра (ФЭК) измеряют светопоглощение этого раствора (A_x) при толщине оптического слоя (расстоянии между стенками кюветы) 5 мм и светофильтре с $\lambda = 670$ нм.

Измерения проводят методом сравнения светопоглощения исследуемого раствора со светопоглощением стандартного раствора. Стандартный раствор готовят параллельно испытуемому: в мерную колбу на 50 мл добавляют приблизительно 15 мл серной кислоты, 1,00 мл стандартного раствора I_2 , приблизительно 2 мл раствора крахмала, доводят колбу до риски дистиллированной водой, тщательно перемешивают. С помощью ФЭК измеряют светопоглощение стандартного раствора при тех же условиях ($A_{ст}$).

По результатам фотометрирования рассчитывают массу кислорода в 1 л воды:

$$T(O_2) = \frac{T(I_2/O_2)A_x}{A_{ст}} \cdot \frac{V_{мк}}{V_{пип}} \cdot \frac{1000}{V_{мк}} = \frac{26,3A_x}{A_{ст}},$$

где $T(O_2)$ - содержание кислорода, мг/л; $T(I_2/O_2)$ - титр стандартного раствора йода по кислороду (0,0263 мг/мл); $V_{мк}$ - объем мерной колбы для отбора воды (100 мл); $V_{пип}$ - объем аналитической пипетки (1мл); 1000 – коэффициент пересчета на 1000 мл (1л) воды.

Контрольные вопросы по методам молекулярно-адсорбционного спектрального анализа

1. Классификация методов молекулярно-абсорбционного анализа.
2. Классификация методов фотометрического анализа.
3. Колориметрия. Сущность метода, применение.
4. Математическое выражение закона Бугера-Ламберта-Бера. Какую зависимость он устанавливает?

5. Дать понятие абсорбционности, коэффициента светопропускания. Связь между ними.
6. Как выбирают светофильтр?
7. Что такое кривая светопоглощения, как ее получают, для каких целей она нужна?
8. Что такое светофильтр, можно ли работать без него?
9. Методы определения концентраций вещества в колориметрии (по уравнению Бугера-Ламберта-Бера; метод стандартных серий; метод колориметрического титрования; метод уравнивания).
10. Молярный коэффициент светопоглощения, размерность физического смысла.
11. Фотоколориметрия. Сущность метода, отличие от колориметрического метода анализа.
12. Явление фотоэффекта. Селеновый фотоэлемент, его основные характеристики, устройство и область применения.
13. Фотоэлектроколориметры Их устройство, принцип действия, преимущества и недостатки. Область применения.
14. Методы определения неизвестной концентрации вещества в фотоколориметрии (метод сравнения, метод стандартной серии, метод добавок).
15. Точность, чувствительность и область применения методов колориметрии, фотоколориметрии, спектрофотометрии.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Аналитическая химия. В 2ч. Ч.2. Физико-химические методы анализа: Практикум. / В.В. Слепушкин, Б.М. Стифатов, Ю.В. Рублинецкая, Е.Ю. Моценская. Самара: Самар. гос. тех. ун-т, 2011.-286 с. ISBN 978-5-7964-1461-3.
2. Аналитическая химия. В 3 т. Т. 1. Методы идентификации определения веществ: учеб. для студ. высш. учеб. заведений / [А.А. Блюстин и др.]; под ред. Л.Н. Москвина. – М.: Издательский центр «Академия», 2008.
3. Коренман Я.И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов: В 4-х кн. - Кн.2. Оптические методы анализа. – М.: КолосС, 2005. – 288 с.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2-х кн. Кн.2. Физико-химические методы анализа. - М., Высш. школа, 2004. - 494 с.
5. Васильев В.П. Практикум по аналитической химии. М., Химия, 2004. - 328 с.
6. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод.- М.:Химия,1984.-С.177.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКРАШЕННЫХ
КОМПОНЕНТОВ НА ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРЕ ФЭК-56М**

Оптическая схема прибора фотоэлектроколориметра ФЭК-56М. Световой поток от источника света, пройдя через светофильтр 2, попадает на призму 3, которая делит световой поток на два: левый и правый (рис.П.1.1).

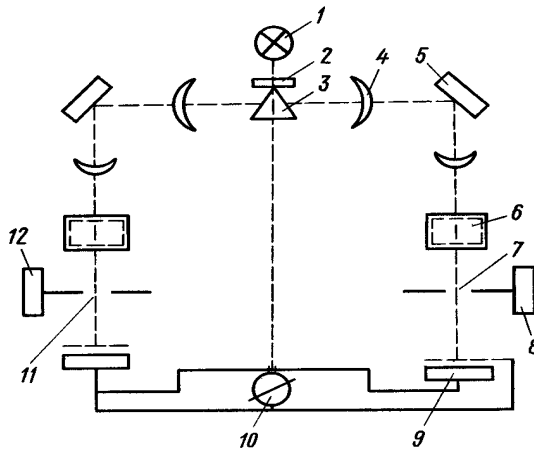


Рис.П.1.1 . Оптическая схема фотоэлектроколориметра ФЭК-56М

Так как источник света помещен в фокусе линзы 4, то световые потоки, отразившись от зеркал 5, пройдя через линзы, выходят параллельными. Далее параллельные световые потоки идут через кюветы 6 (с раствором и растворителем) и попадают на фотоэлементы 9. В правый световой поток могут включаться последовательно одна или другая кюветы (с раствором и растворителем). Раздвижная (щелевая) диафрагма 7, расположенная в правом потоке света, при вращении связанного с ней отсчетного барабана 8, меняет свою площадь и тем самым меняет интенсивность светового потока, падающего на правый фотоэлемент. Раздвижная диафрагма «кошкин глаз», расположенная в левом световом потоке, при вращении связанного с ней барабана 12 служит для ослабления интенсивности левого светового потока, падающего на левый фотоэлемент. Правый отсчетный барабан является

измерительным, левый - компенсационным. На отсчетном барабане нанесены две шкалы: шкала светопропускания (черная) и шкала светопоглощения (абсорбционности) - красная. По красной шкале можно отсчитать от 0 до 3 единиц абсорбционности.

Возникающие в фотоэлементах токи в противоположных направлениях поступают на микроамперметр 10.

Схема прибора устроена так, что при одинаковой освещенности обоих фотоэлементов возникающие фототоки будут одинаковы, но противоположны по направлению (рис.П.1.1). В этом случае стрелка микроамперметра не отклоняется от «О», так как происходит компенсация токов (фотометрическое равновесие). Если освещенность фотоэлементов неодинакова, то компенсации токов нет, и стрелка микроамперметра отклонится от «О». Изменяя раскрытие диафрагм 7, можно уравнивать световые потоки, падающие на оба фотоэлемента. О равенстве световых потоков свидетельствует положение стрелки микроамперметра на нуле.

Принцип действия ФЭК-56М, как и всех других фотоэлектроколориметров с двумя фотоэлементами, основан на оптической компенсации, т. е. на уравнивании интенсивности двух световых потоков, один из которых проходит через исследуемый раствор, другой - через растворитель («нулевой» раствор - чаще всего вода).

Методика проведения определений на фотоэлектрокалориметре ФЭК-56М. Для проведения анализа прибор (рис.П.1.2. , а, б) включают в сеть 220 В через стабилизатор за 20-30 мин до начала определения. В течение этого времени электросхема прибора будет прогрета, и наступит достаточно стабильный режим ее работы.

Устанавливают «электрический нуль» прибора. Для этого с помощью рукоятки 2 световые потоки перекрывают шторкой. Рукояткой 7 устанавливают стрелку микроамперметра на «О». При этом чувствительность прибора должна быть максимальной, для чего поворачивают рукоятку чувствительности 6 (рис.п.1.2, б) против часовой стрелки до упора. Работу проводят на выбранном светофильтре, в подобранных кюветах и при открытой шторке.

В левый кюветодержатель на все время измерений помещают кювету с растворителем.

В правый кюветодержатель устанавливают две кюветы: с раствором и с растворителем. Сначала на пути правого светового потока рукояткой 4 (рис. П1.2.) помещают кювету с раствором. Вследствие поглощения света раствором на правый фотоэлемент будет попадать све-

товой поток меньшей интенсивности, чем на левый фотоэлемент, и стрелка микроамперметра будет отклоняться от «0» пропорционально поглощению света (концентрации окрашенного компонента).

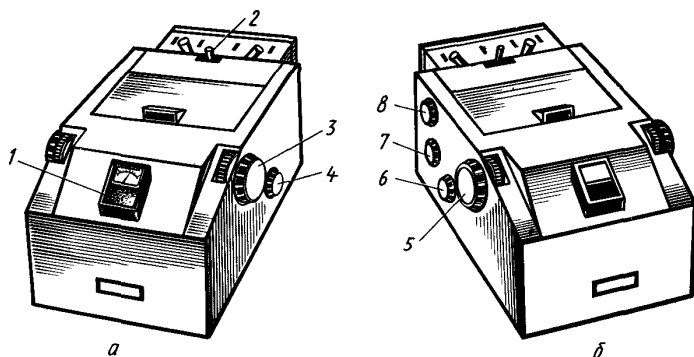


Рис. П.1.2. Конструкция фотоэлектроколориметра ФЭК-56М

Вращая барабан 5 левой диафрагмы, уравнивают интенсивности обоих световых потоков. При этом стрелку микроамперметра устанавливают на «0». Затем по ходу правого светового потока рукояткой 4 заменяют кювету с раствором на кювету с растворителем. При этом фотометрическое равновесие вновь нарушается, так как растворитель прозрачнее, и интенсивность светового потока, падающего на правый фотоэлемент, увеличится. Стрелка микроамперметра снова отклонится от «0». Вращая правый барабан 3, уменьшают интенсивность правого светового потока до установления стрелки микроамперметра на «0». Показание на красной шкале правого барабана 3 будет соответствовать поглощению света раствором (абсорбционности).

Показание на черной шкале правого барабана 3 будет соответствовать значению коэффициента пропускания света раствором (%).

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКРАШЕННЫХ
КОМПОНЕНТОВ НА КОЛОРИМЕТРЕ
ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОМ КОНЦЕНТРАЦИОННОМ КФК-2**

Усовершенствованный КФК-2 предназначен для измерения в отдельных участках диапазона длин волн 315-980 нм, выделяемых светофильтрами, коэффициентов пропускания и абсорбционности жидкостных растворов, а также определения концентрации веществ в растворах методом построения градуировочных графиков. Колориметр позволяет также производить измерения коэффициентов пропускания рассеивающих взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете.

Определение содержания окрашенных компонентов в исследуемом растворе на КФК-2 проводится значительно быстрее и проще, чем на ФЭК-56М.

Оптическая схема колориметра КФК-2. Свет от накаленной нити лампы 1 конденсором 2 изображается в плоскости диафрагмы 3 (рис.П.2.1.). Это изображение объективами 4, 5 переносится в плоскость, отстоящую от объектива на расстоянии 300 мм. Кювета 10 с исследуемым раствором вводится в световой поток между защитными стеклами 9, 11. Для выделения узких участков спектра из сплошного спектра излучения лампы в колориметре предусмотрены цветные светофильтры 8. Теплозащитный светофильтр 6 вводится в световой поток при работе в видимой области спектра (400-490 нм). Для ослабления светового потока при работе в спектральном диапазоне 400—500 нм установлены нейтральные светофильтры 7. Световой поток, пройдя через светофильтры и кювету, попадает на фотоэлемент 12 и возбуждает ток, который регистрируется микроамперметром.

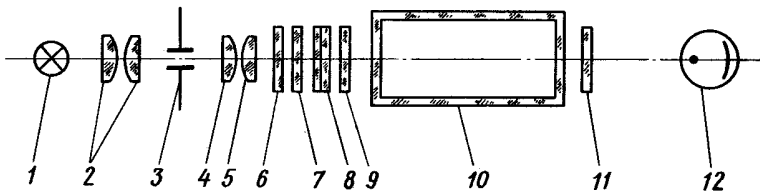


Рис. П.2.1. Оптическая схема колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2

Принцип работы колориметра КФК-2. Принцип действия прибора основан на регистрации силы тока, возникающего на фотоэлементе. Сила тока зависит от интенсивности окраски раствора, так как чем больше концентрация окрашенного вещества или компонента в растворе, тем больше светопоглощение и меньше интенсивность светового потока, выходящего из раствора и, следовательно, меньше возникающий фототок. Для учета потерь света, вследствие отражения от стенок кюветы и его поглощения растворителем, измерение проводят всегда относительно «нулевого» раствора (воды).

Методика работы на колориметре КФК-2. Включают колориметр в сеть за 15 мин до начала работы. Открывают крышку кюветного отделения (рис. П.2.2.), при этом шторка перекроет световой поток перед фотоэлементом. Вводят заранее подобранный светофильтр ручкой 6. Устанавливают минимальную чувствительность колориметра. Для этого ручку «Чувствительность» 4 переключают в положение, ручку «Точно» 2 и ручку «Установка 100 грубо» 3 - в крайнее левое положение.

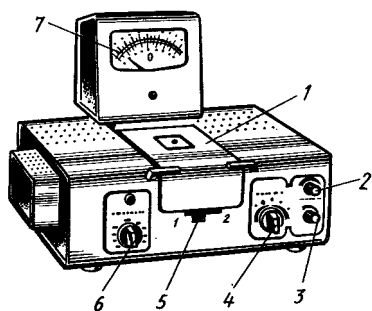


Рис. П.2.2. Конструкция колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2

Помещают в кюветное отделение две кюветы: одну с водой, вторую с окрашенным раствором (стандартным или исследуемым). Сначала в световой поток ручкой 5 помещают кювету с водой, закрывают крышку кюветного отделения (при этом открывается световой поток).

Устанавливают ручками «Чувствительность» 4, «Установка 100 грубо» 3 и «Точно» 2 стрелку микроамперметра 7 на «0» по шкале абсорбционности.

Если при положении ручки «Чувствительность» 4 на «I» стрелка микроамперметра не устанавливается на «0», тогда переводят ее на «2» или «3» и снова подводят стрелку на «0». Причем если кювету и светофильтр подбирали, например, по чувствительности «2», то в течение всего анализа работают на указанной чувствительности. Если ручка 6 стоит на отметках, обозначенных черными цифрами, ручку «Чувствительность» устанавливают в положение «I», «2», «3», также отмеченных на шкале черным цветом.

Поворотом ручки 5 по ходу светового потока кювету с водой заменяют кюветой с окрашенным раствором (стандартным при построении градуировочного графика или исследуемым для его фотометрирования). Стрелка микроамперметра отклонится от «0» шкалы абсорбционности. Положение стрелки и будет соответствовать абсорбционности фотометрируемого раствора. Измерение абсорбционности для каждого стандартного или исследуемого раствора проводят 4-5 раз и окончательное значение определяют как среднее арифметическое из полученных данных. Затем строят градуировочный график и по нему находят содержание определяемого компонента в исследуемом растворе.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОКРАШЕННЫХ КОМПОНЕНТОВ НА КОЛОРИМЕТРЕ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОМ КОНЦЕНТРАЦИОННОМ КФК-3-01-«ЗОМЗ»

Фотометр фотоэлектрический КФК-3-01-«ЗОМЗ» предназначен для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания (СКНП), оптической плотности и скорости изменения оптической плотности прозрачных жидкостных растворов, а также для определения концентрации веществ в растворах после предварительной градуировки фотометра потребителем.

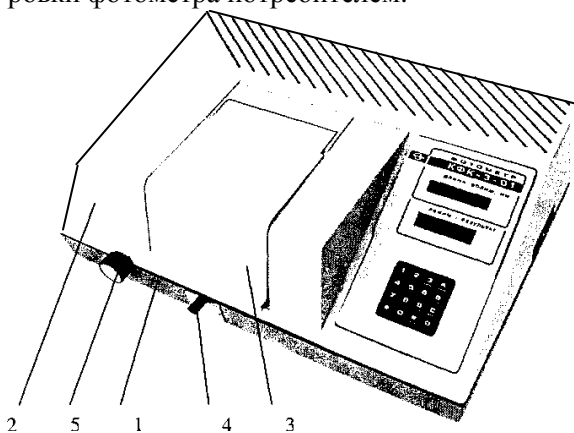


Рис. ПЗ. Общий вид фотометра

Фотометр предназначен для оснащения клинико-диагностических лабораторий лечебно-профилактических учреждений, поликлиник, и других медицинских учреждений для проведения биохимических исследований плазмы крови при диагностике заболеваний, профилактических осмотрах, оценке эффективности лечебных мероприятий,

для применения в сельском хозяйстве, на предприятиях водоснабжения, в металлургической, химической, пищевой промышленности и других отраслях.

Устройство и работа составных частей фотометра КФК-3-01-«ЗОМЗ». Внешний вид фотометра представлен на рис. ПЗ. Фотометр выполнен в виде одного блока. На металлическом основании 1 закреплены отдельные узлы, которые закрываются кожухом 2. Кюветное отделение закрывается съемной крышкой 3. Ввод в световой пучок одной или другой кюветы осуществляется перемещением ручки 4 до упора влево или право. При установке ручки до упора влево в световой пучок

вводится кювета с «холостой пробой» (растворителем или контрольным раствором), при установке ручки до упора вправо - в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. При открытой крышке кюветного отделения шторка автоматически перекрывает световой поток. Ручка 5 служит для поворота дифракционной решетки и установки требуемой длины волны.

Методика работы на фотометре КФК-3-01-«ЗОМЗ».

1. Тумблер «СЕТЬ» установить в выключенном положении. Закрыть крышку кюветного отделения.

2. Подсоединить фотометр к сети 220 В, 50 Гц к электрической розетке вилкой кабеля прибора. Включить тумблер «СЕТЬ».

3. Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме:

а) на индикаторе отображается символ завода-изготовителя «ОАО «ЗОМЗ», сообщение **«ПРОГРЕВ ПРИБОРА»** и показания таймера;

б) по истечении 2,5 мин на индикаторе отображается надпись – шифр фотометра **«КФК - 3 – 01»**;

в) по истечении 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет», включается источник излучения;

г) на индикаторе отображается значение длины волны в нм, надпись **«ПРОГРЕВ ЛАМПЫ»** и показания таймера;

д) по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на индикаторе отображается надпись **«ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ»**.

Фотометр готов к работе.

4. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.

5. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором - в ближнее гнездо.

6. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой». Закрывать крышку кюветного отделения.

7. Нажатием клавиши выбора режима «D» выбрать «**A - ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ**».

8. Нажать клавишу «#». На индикаторе должно отобразиться «**ГРАДУИРОВКА**», через 3-5 с данная надпись исчезает и вместо нее отображается «**ИЗМЕРЕНИЕ**», «**A =0,000 + 0,002**». Если значение «**0,000**» отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

9. Ручку перемещения кювет установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На индикаторе отображается значение оптической плотности исследуемого раствора.

Операции по п. 5 - 9 повторить три раза. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

10. Отключение прибора производится нажатием клавиши «D», переключением тумблера «СЕТЬ» в выключенное положение и отсоединением фотометра от электрической сети вилкой кабеля прибора.

Правила подбора кювет для фотоколориметрии

Предварительный выбор кювет производится визуально, соответственно интенсивности окраски раствора.

Если раствор темный, то следует пользоваться кюветами с малой толщиной оптического слоя (1-5 мм).

В случае слабо окрашенных растворов рекомендуется работать с кюветами большой рабочей длиной грани (20 - 50мм).

Кюветы подбирают так, чтобы измеренная оптическая плотность лежала в пределах 0,3-0,6. Если величина измеренной оптической плотности больше 0,6, то берут кювету меньшей рабочей длины и наоборот, если измеренная оптическая плотность окажется меньше чем 0,2, то берут кювету

Длины волн максимумов пропускания (λ , нм), цвет и номера светофильтров представлены в таблице П 4.1.

Таблица П 4.1

Светофильтр		
№ светофильтра	Длина волны максимума пропускания λ , нм	Цвет
1	315±5	УФ
2	364±5	УФ
3	400±5	Сине-фиолетовый
4	440±5	Синий
5	490±10	Сине-зелёный
6	540±10	Желто-зелёный
7	572±10	Оранжевый
8	593±10	Красный
9	630±10	Красный

**Правила работы с микродозаторами марки
«УНИ» и «ВАРИ» (Польша)**

Микродозаторы «УНИ» и «ВАРИ» - это серии микродозаторов высокого качества, гарантируют высокую точность и повторяемость объема измеряемых жидкостей. Микродозаторы оснащаются двумя видами наконечников: желтого и голубого цвета. Разные цвета наконечников упрощают подбор соответствующего наконечника к данному микродозатору - кнопки микродозатора и наконечника должны быть одного и того же цвета.

Отбор аликвотных частей растворов микродозатором проводят следующим образом.

1. Поворотным движением по часовой стрелке надевают наконечник на шток микродозатора так, чтобы был заметен след зажима в точке соприкосновения штока с внутренней поверхностью наконечника.
2. Нажимают на кнопку микродозатора до первого упора.
3. Держа микродозатор в вертикальном положении погружают наконечник в измеряемую жидкость на глубину не менее 2-3 мм.
4. Набирают жидкость в наконечник, постепенно отпуская кнопку в течение 2-3 с для микродозаторов вместимостью до 200 мкл и в течение 3-5 с для дозаторов вместимостью от 200 до 1000 мкл, после чего держат наконечник еще около 1 с в жидкости и только после этого извлекают его из жидкости.
5. Плавно нажимая на кнопку дозатора до первого упора и с такой же скоростью, как и при наборе жидкости, слить содержимое дозатора, прикасаясь наконечником к внутренней стенке сосуда.
6. Выжидают около 1 с. Нажимая на кнопку дозатора до второго упора, удаляют остатки жидкости и извлекают наконечник из жидкости скользя им по стенке сосуда.
7. По окончании работы микродозатор тщательно промывают водой.

Фотометрический анализ

Составитель *СТИФАТОВ Борис Михайлович*

Печатается в авторской редакции
Компьютерная верстка Стифатов Б.М.

Подп. в печать 18.02.13
Формат 60x84 1/16. Бум.типогр. № 2.
Усл. п. л. 1,93. Уч.-изд.л.1,90.
Тираж 50 экз.

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Самарский государственный технический университет»
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Г. главный корпус.

Отпечатано в типографии Самарского
государственного технического университета
443100. г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Корпус №8.

