

Эта часть работы выложена в ознакомительных целях. Если вы хотите получить работу полностью, то приобретите ее воспользовавшись формой заказа на странице с готовой работой:

<https://stuservis.ru/doklad/113765>

Тип работы: Доклад

Предмет: Аналитическая химия

I. Определение хрома (VI) спектрофотометрическим методом 3

I.I. Примеси, влияющие на измерение 3

I.II. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 4

I.III. Приготовление стандартных растворов 5

II. Определение железа (III) спектрофотометрическим методом 8

Список литературы 10

I. Определение хрома (VI) спектрофотометрическим методом

Метод определения Cr+6 основан на измерении светопоглощения в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм комплексного соединения Cr+6 в результате реакции 1,5-дифенилкарбазида с бихромат ионами, который окрашен в фиолетово-красный цвет, пробы анализируемой воды в кислой среде и определении концентрации Cr+6 по значению оптической плотности раствора.

Для определения общего хрома соединения хрома предварительно переводят в Cr+6 путем окисления серноокислым аммонием, после чего определяют содержание Cr+6 в обработанной пробе с 1, 5-дифенилкарбазидом.

I.I. Примеси, влияющие на измерение

При определении хрома (VI) и общего хрома мешающее влияние оказывают:

- ☐ Fe+3 при содержании свыше 0,001 мг/мл. Присутствие Fe+3 можно скомпенсировать присутствием ортофосфорной кислоты.
- ☐ Высокое содержание Ca²⁺, которые при использовании серной кислоты в ходе определения, дают осадок в виде сульфата кальция. В этом случае рекомендуется использовать трихлоруксусную кислоту взамен серной.
- ☐ Некоторые вещества приводят к восстановлению Cr+6 до Cr+3 при подкислении пробы в ходе анализа. В их присутствии можно определить только содержание общего хрома.
- ☐ В присутствии солей бария, свинца или серебра образуются малорастворимые хроматы и содержащийся в них Cr+6 определить не удастся.
- ☐ Соли шестивалентного молибдена и ртути также образуют с 1,5-дифенилкарбазидом желтое и синее окрашивание соответственно, но их интенсивность слабее, чем у хрома Cr+6. Fe+3 образует желтое окрашивание при массовой концентрации свыше 0,001 мг/мл, а ванадий образует желтое окрашивание, которое постепенно обесцвечивается.
- ☐ Cr+3 и другие мешающие ионы металлов осаждают в фосфатном буферном растворе с использованием сульфата алюминия и удаляют с помощью фильтрования.
- ☐ Изменения валентности хрома из-за присутствия окислителей и восстановителей можно избежать, применяя пробоподготовку.
- ☐ Окислители удаляют добавлением сульфита к нейтрализованному раствору; Cr+6 в этих условиях не реагирует. Избыток сульфита и других восстановителей затем убирают гипохлоритом. Избыток гипохлорита и образовавшиеся хлорамины разрушают в кислой среде добавлением хлорида натрия, а образовавшийся хлор отдувают.

I.II. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

- ☐ Фотометр, спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность раствора в диапазоне длин волн 540—550 нм при допустимой основной абсолютной погрешности измерений спектрального коэффициента пропускания не более 2 %, снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя от 10 до 40 мм;

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с ценой деления не более 0.1 мг и пределом взвешивания не более 200 г;
- Колбы мерные;
- Цилиндры мерные;
- Государственный стандартный образец состава раствора ионов хрома Cr+6 с аттестованным значением массовой концентрации 1 мг/мл и погрешностью аттестованного значения не более 2 %
- Фильтр-Шотта с порами от 0.4 до 0.45 мкм;
- Колбы конические плоскодонные термостойкие;
- Воронки лабораторные;
- Стаканы термостойкие;
- Полиэтиленовые емкости или емкости из боросиликатного стекла для хранения проб;
- Фильтры обеззоленные бумажные;
- Бумага универсальная индикаторная;
- Вода дистиллированная;
- Кислота серная хч;
- Кислота азотная хч;
- Натрия гидроксид хч;
- 1,5-дифенилкарбазид ч.да.;
- Кислота ортофосфорная хч;
- Аммоний надсерноокислый хч;
- Серебро азотнокислое хч;
- Спирт этиловый ГОСТ 18300;
- Ацетон хч;

I.III. Приготовление стандартных растворов

Приготовление раствора ортофосфорной кислоты

В мерную колбу объемом 100 мл вводят 10 мл ортофосфорной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора ортофосфорной кислоты

В мерную колбу объемом 1000 мл вводят 700 мл ортофосфорной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора гидроксида натрия

В стакан из термостойкого стекла вводят 50 мл дистиллированной воды, добавляют при перемешивании 20 г гидроксида натрия, охлаждают, переносят в мерную колбу объемом 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрацией 0,01 г/мл в ацетоне

1. Бабко А. К., Пилипенко А. Г. Фотометрический анализ.— М.: Химия, 1968.
2. Васильев В. П. Теоретические основы физико-химических методов анализа.— М.: Высш. шк., 1979.
3. Булатов М. И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа.— Л.: Химия, 1986.
4. Иоффе Б. В., Костиков Р. Р., Разин В. В. Физические методы определения строения органических молекул.— Л.: ЛГУ, 1976.
5. Крешков А. П. Основы аналитической химии. Т. 3.— М.: Химия, 1970.
6. Скугг Д., Уэкс Д. Основы аналитической химии. Т. 2.— М.: Мир, 1979.
7. Пособие по химическому анализу лекарств / Под ред. Кулешовой М. И.— М.: Медицина, 1974.
8. Kleemann A. Pharmaceutical substances syntheses, patents and applications of the most relevant AIPs. – New York: Stuttgart New York Thieme, 2009. – 2409 с.
9. Фритц Дж., Шэнк Г. Количественный анализ.— М.: Мир, 1978.

Эта часть работы выложена в ознакомительных целях. Если вы хотите получить работу полностью, то приобретите ее воспользовавшись формой заказа на странице с готовой работой:

<https://stuservis.ru/doklad/113765>