

## МОЛЕКУЛЯРНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

### *Вопросы к лабораторной работе:*

1. Дайте определение спектроскопических методов анализа.
2. Перечислите наиболее важные характеристики электромагнитного излучения.
3. Перечислите методы атомной спектроскопии.
4. Перечислите методы молекулярной спектроскопии.
5. Как классифицируются методы молекулярной абсорбционной спектроскопии по диапазону электромагнитного излучения?
6. В чем принципиальные отличия фотокolorиметрии и спектрофотометрии?
7. Сформулируйте основной закон светопоглощения.
8. Перечислите причины отклонений от основного закона светопоглощения.
9. Что называется оптической плотностью и светопропусканием? В каких пределах изменяются эти величины?
10. В чем физический смысл молярного коэффициента поглощения?
11. Какие факторы влияют на молярный коэффициент светопоглощения?
12. В каких координатах можно представить спектр поглощения?
13. Как проводится выбор длины волны при фотометрических измерениях?
14. Перечислите основные узлы приборов в молекулярной абсорбционной спектроскопии.
15. Объясните использование 2 кювет в методе молекулярной абсорбционной спектроскопии?
16. Что такое раствор сравнения в фотометрическом анализе? Каков его состав и назначение?
17. Перечислите методы количественного определения светопоглощающего вещества.
18. В чем состоит принцип метода градуировочного графика в спектрофотометрии?
19. В чем состоит принцип метода добавок в спектрофотометрии?

## Лабораторная работа № 12

### Определение железа (II) сульфосалициловой кислотой

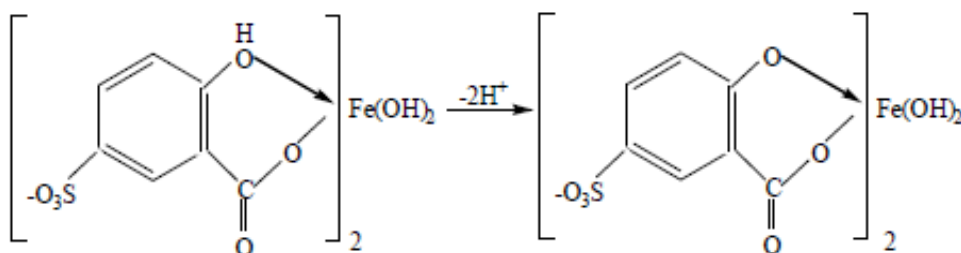
**Цель работы.** Определить железо (II) сульфосалициловой кислотой методом добавок

#### Теоретическая часть

Железо (III) в зависимости от кислотности раствора образует с сульфосалициловой (2-гидрокси-5-сульфобензойной) кислотой ряд окрашенных комплексов. При pH 1.8–2.5 образуется красно-фиолетовый катионный комплекс – моносульфосалицилат Fe(III) ( $\lambda_{\max} = 510$  нм;  $\varepsilon = 1800$ ), при pH 4–8 в растворе преобладает комплексный анион дисульфосалицилата железа (III) коричнево-оранжевого цвета.

В щелочных средах ( $9 < \text{pH} < 11,5$ ) образуется комплекс желтого цвета ( $\lambda_{\max} = 416$  нм;  $\varepsilon = 5800$ ). При pH  $> 12$  происходит его разложение с выпадением в осадок гидроксида железа.

Ранее считалось, что в щелочной среде образуется трисульфосалицилат железа (III). В настоящее время полагают, что в щелочной среде происходит не присоединение третьего лиганда, а депротонирование бис-комплекса:



Железо (II) не образует комплексов с сульфосалициловой кислотой, поэтому в кислой среде можно определять Fe (III) в присутствии Fe (II). Определению не мешают катионы магния, марганца, меди, алюминия, р.з.э., ацетат-, борат-, роданид-, фосфат-анионы; исключение составляют фторид-ионы.

В щелочной среде Fe (II) легко окисляется до Fe (III), и с помощью сульфосалициловой кислоты можно проводить определение Fe (II), а также суммарного содержания Fe (II) и Fe (III).

#### Выполнение работы:

#### Реактивы, посуда, аппаратура

1. Стандартный раствор железа (II) 0.1 мг/мл
2. Раствор аммиака 10 %
3. Раствор сульфосалициловой кислоты 10 %
3. Колбы мерные вместимостью 50 мл

- Пипетки вместимостью 5 мл.  
Цилиндр вместимостью 5 мл  
4. Спектрофотометр любого типа.  
Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

### ***Метод градуировочного графика***

#### ***1. Приготовление стандартных растворов.***

Готовят 5 стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 мл стандартного раствора Fe (II) 0,1мг/мл, добавляют в каждую колбу по 5 мл 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, по 5 мл 10%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора до 50 мл дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают 10 минут.

***2. Приготовление раствора сравнения.*** В колбу вместимостью 50 мл вносят все растворы, используемые для приготовления эталонных растворов (5 мл 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, 5 мл 10%-ного раствора аммиака), кроме раствора соли железа, и содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой.

#### ***3. Выбор аналитической длины волны.***

В области длин волн 380 – 500 нм поочередно на спектрофотометре через каждые 10 нм) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм измеряют оптическую плотность наиболее интенсивно окрашенного стандартного раствора относительно раствор сравнения. В качестве аналитической выбирают длину волны, при которой наблюдается максимум оптической плотности.

#### ***4. Измерение оптической плотности стандартных растворов.***

При выбранной длине волны в тех же кюветах измеряют оптическую плотность всех стандартных растворов ( $A_{ст}$ ) относительно дистиллированной воды. Каждое измерение повторяют до получения трех сходимых результатов, данные заносят в таблицу:

<b><i>№</i></b>	<b><i>C<sub>Fe (II)</sub>, мг/мл</i></b>	<b><i>A1</i></b>	<b><i>A2</i></b>	<b><i>A3</i></b>	<b><i>A<sub>ср</sub></i></b>
<i>1</i>					
<i>2</i>					
<i>3</i>					
<i>4</i>					
<i>5</i>					
<i>6 (Сх)</i>					

### 5. Анализ контрольного раствора.

В мерную колбу с анализируемым раствором, содержащим ионы меди (II), добавляют 10 мл 5%-ного раствора аммиака и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой; раствор выдерживают 10 минут до завершения реакции. В тех же условиях измеряют оптическую плотность ( $A_x$ ), данные заносят в таблицу.

### 6. Обработка результатов.

По средним значениям оптической плотности стандартных растворов строят градуировочный график в координатах  $A_{ст} = f(C_{ст})$ , затем по значению оптической плотности исследуемого раствора  $A_x$  с помощью графика находят соответствующее ей значение концентрации. Рассчитывают относительную ошибку определения

$$\varepsilon = \left| \frac{C_{\text{экс}} - C_{\text{ист}}}{C_{\text{ист}}} \right| \cdot 100 \%$$

### **Вывод:**

### **Метод добавок**

#### 1. Приготовление исследуемых растворов.

Получают у преподавателя три мерных колбы вместимостью 50 мл с исследуемым раствором содержащим ионы железа (II). Во вторую колбу добавляют 1,0 мл, а в третью – 1,5 мл стандартного раствора Fe (II).

Вносят в каждую колбу по 5 мл 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, по 5 мл 10%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают 10 минут.

2. Приготовление раствора сравнения. В колбу вместимостью 50 мл вносят все растворы, используемые для приготовления эталонных растворов (5 мл 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, 5 мл 10%-ного раствора аммиака), кроме раствора соли железа, и содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой.

#### 3. Выбор аналитической длины волны.

В области длин волн 380 – 500 нм поочередно на спектрофотометре через каждые 10 нм) в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм измеряют оптическую плотность наиболее интенсивно окрашенного стандартного раствора относительно раствор сравнения. В качестве аналитической выбирают длину волны, при которой наблюдается максимум оптической плотности.

#### 4. Измерение оптической плотности исследуемых растворов.

При выбранной длине волны в тех же кюветах измеряют оптическую плотность всех исследуемых растворов относительно дистиллированной воды. Каждое измерение повторяют до получения трех сходимых результатов, данные заносят в таблицу

№	$C_{Fe(II)}$ , МГ/МЛ	A1	A2	A3	A ср
1					
2					
3					

#### 5. Обработка результатов.

Содержание железа (II) в растворе можно найти расчетным и графическим способами.

а) расчетный способ:

$$C_x = C_{ст} \frac{A_x}{A_{x+ст} - A_x}$$

где  $C_x$  – концентрация вещества в исследуемом растворе;

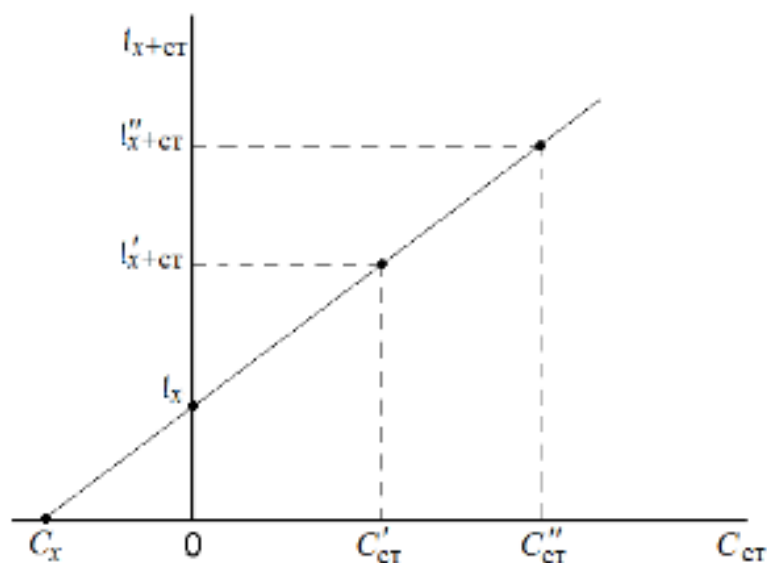
$C_{ст}$  – концентрация добавки в исследуемом растворе;

$A_x$  – оптическая плотность исследуемого раствора;

$A_{x+ст}$  – оптическая плотность исследуемого раствора с добавкой

б) графический способ:

При графическом способе строят график зависимости оптической плотности исследуемых растворов от концентрации добавки



Рассчитывают относительную ошибку определения для расчетного и графического способа. Делают вывод, какой из способов более точный.

$$\varepsilon = \left| \frac{C_{\text{экс}} - C_{\text{ист}}}{C_{\text{ист}}} \right| \cdot 100 \%$$

***Вывод:***