

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні **кафедри хімії**
Протокол № 1 від 25.08 2020 р.

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Аналіз ґрунту і води”

Лабораторна робота №3

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ
ЗАГАЛЬНОГО ХРОМУ ТА ХРОМУ (VI) З
ДИФЕНІЛКАРБАЗИДОМ У СТІЧНІЙ ВОДІ**

Підготувала

доц. Хацевич О.М.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 3

Тема: Фотометричне визначення загального хрому та хрому (VI) з дифенілкарбазидом у стічній воді.

Мета: оволодіти методикою спектрофотометричного аналізу, визначити загальний вміст хрому та хрому (VI) з дифенілкарбазидом у стічній воді.

Обладнання та реактиви.

Дифенілкарбазид, 0,5%-ий розчин в ацетоні (використовують свіжоприготовленим); сульфатна кислота (розведена 1:1 або 40 %; ортофосфатна кислота (концентрована, $\rho = 1,7 \text{ г/см}^3$); амоній персульфат, 0,2 %-ий свіжоприготовлений водний розчин; калій дихромат (стандартний розчин); вихідний розчин ($T=1 \text{ мг/см}^3$) одержують розчиненням 2,8285 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (попередньо висушеного при 105°C) у дистильованій воді і доводять об'єм до $1,0 \text{ дм}^3$; 1 % розчин AgNO_3 ;

Мірні колби на 100 см^3 (10 шт.), піпетка на 1 см^3 (3 шт.), піпетка на 5 см^3 , піпетка на 20 см^3 (2 шт.), піпетка на 10 см^3 , стакан термостійкий на $250\text{-}400 \text{ см}^3$; спектрофотометр, кювети з $l = 1$ чи 5 см .

Робочий розчин №1 з $T=0,05 \text{ мг/см}^3$ одержують розведенням 25 см^3 вихідного розчину до 500 см^3 бідистилятом.

Робочий розчин № 2 з $T= 0,002 \text{ мг/см}^3$ готують розведенням 20 см^3 робочого розчину № 1 бідистилятом до 500 см^3 в день використання.

Дана робота ґрунтується на міжнародному стандарті ISO 18412:2005 Water quality — Determination of chromium(VI) — Photometric method for weakly contaminated water (Якість води - визначення хрому (VI) – фотометричний метод для слабко забруднених вод). Стандарт регламентує методику визначення хрому в питних водах у межах концентрацій від 2 мкг/дм^3 до 50 мкг/дм^3 . При визначенні більших концентрацій проби розбавляють. Методика може бути використаня для слабозабруднених ґрунтових та поверхневих вод за відсутності відновників.

1. Принцип методу

При взаємодії хрому (VI) з дифенілкарбазидом за рН 1,2-2,6 утворюється комплексна сполука розчинна у воді і забарвлена в червоно-фіалковий колір ($\lambda_{\text{max}} = 546 \text{ нм}$, $\epsilon = 4,17 \cdot 10^4$). Ця сполука може екстрагуватись спиртами та хлороформом у присутності ClO_4^- , CH_3COO^- - йонів, проте близько половини від загальної кількості хром-йону залишається у водній фазі. Методика передбачає визначення загального вмісту хром-йону (після попереднього окиснення хрому (III) до хрому (VI) амоній персульфатом у присутності каталізатора - йонів Ag^+) та окремо визначення хрому (VI), а вміст хрому (III) знаходять за різницею між отриманими результатами.

Вказаним методом можна визначити хром тільки у кислих стічних водах, що не містять значної кількості органічних речовин, а також Меркурію (II), Ванадію (V), Молібдену (VI). Вплив Феруму усувають введенням фосфатної кислоти, а Mn (II) окиснюють і осаджують у вигляді MnO_2 . В нейтральних та лужних водах роздільне визначення хрому (VI) та

(III) ускладнене тим, що при підкисненні таких вод проходить відновлення Хрому (VI) за рахунок відновників, що зазвичай містяться в таких водах (сульфіти, органічні речовини та ін.). Інколи виникають проблеми, що зв'язані з окисненням Cr (III) у присутності значних кількостей Cl^- , Br^- , які зв'язують каталізатор йони Ag^+ . У зв'язку з цим вдається провести тільки визначення сумарного вмісту хрому.

2. Методика аналізу

2.1. Визначення хрому (VI). У мірну колбу на 100 см^3 поміщають такий об'єм профільтрованої води, який містить від $0,005$ до $0,1$ мг хрому. Доливають 1 см^3 сульфатної кислоти (1:1); $0,3 \text{ см}^3$ фосфатної кислоти, дистильовану воду до об'єму близько - 90 см^3 . Вносять 2 см^3 0,5 %-вого розчину дифенілкарбазиду, доводять до мітки водою і перемішують. Через 10 хв. вимірюють оптичну густину розчину при довжині хвилі $\lambda = 540 \text{ нм}$ в кюветах з $l=1$ чи 5 см відносно проби води, обробленої аналогічно, але без дифенілкарбазиду. Вміст хрому (VI) у пробі знаходять за градувальним графіком.

2.2. Визначення загального вмісту хрому. До 100 см^3 проби води, яка містить $0,005 - 0,1$ мг хрому, добавляють $0,3 \text{ см}^3$ 1 моль/ дм^3 розчину H_2SO_4 , $5-10 \text{ см}^3$ 0,2 %-го розчину амоній персульфату, $0,2 \text{ см}^3$ розчину 1 %-го аргентум нітрату і кип'ятять протягом 20-25 хв. (до повного розкладу надлишку персульфату). Розчин випарюють приблизно до об'єму 50 см^3 , переносять у мірну колбу на 100 см^3 і продовжують аналіз аналогічно варіанту А.

Побудова градувального графіку. У мірні колби на 100 см^3 вносять 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 50,0 см^3 стандартного розчину хрому №2 з $T=0,002 \text{ мг/см}^3$, що відповідає концентрації хрому у воді 0; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1,0 мг/дм^3 , після чого проводять операції згідно першого варіанту (Визначення хрому (VI)).

3. Розрахунки

Вміст хрому (VI) та загальний вміст хрому у воді в мг/дм^3 розраховують за формулами:

$$X (\text{Cr(VI)})_i = \frac{C_{\text{Cr}}^A \cdot 100}{V} \qquad X (\sum \text{Cr})_i = \frac{C_{\text{Cr}}^B \cdot 100}{V}$$

де C_{Cr}^A - концентрація хрому, знайдена за градувальним графіком, мг/дм^3 (метод А),
 C_{Cr}^B - концентрація хрому в пробі знайдена за градувальним графіком, мг/дм^3 (метод Б);
 V - об'єм проби води, взятої для аналізу, см^3 ;
100 - об'єм, до якого була розбавлена проба, см^3 .

Питання для самоконтролю

1. Опишіть хімізм процесу переведення хрому (III) в хром (VI) амоній персульфатом.
2. Що може бути джерелом забруднення природних вод йонами хрому? Наведіть конкретні приклади.
3. Суть спектрофотометричного методу аналізу. Закон Бугера-Ламберта-Бера та його використання в фотометрії.